www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

JAARGANG 20, 1958, no. 4 blz. 97-124 Verschenen 10 juli 1958

Philips Technisch Tijdschrift

BEHANDELENDE TECHNISCHE VRAAGSTUKKEN
SAMENHANGENDE MET DE PRODUKTEN, WERKWIJZEN EN ONDERZOEKINGEN
VAN DE N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

HET VERKRIJGEN EN METEN VAN EXTREEM LAGE DRUKKEN

door A. VENEMA en M. BANDRINGA.

621.51:531.788.74

Indien men extreem lage drukken (kleiner dan 10^{-7} mm Hg) wenste te bereiken, werkte men tot voor kort met een afgesloten ruimte en gebruikte in de laatste faze van het pompproces een of andere „inwendige pomp", b.v. een getter, een ionisatiemanometer of beide. In onderstaand artikel wordt aangetoond dat het ook mogelijk is dergelijke drukken te bereiken met een normale kwikdiffusiepomp, waarbij men het voordeel kan hebben van een veel grotere pompsnelheid. De kwikdiffusiepomp moet worden opgenomen in een speciaal voor het doel ontworpen pompopstelling.

In de laatste jaren is de belangstelling voor het gebied der extreem lage drukken sterk toegenomen. De oorzaak van deze belangstelling ligt in de grote mogelijkheden die het bereiken van deze drukken opent voor het onderzoek van oppervlakverschijnselen, zoals b.v. het meten van uittreepotentialen of de bestudering van adsorptieverschijnselen. Een geheel schoon oppervlak van een stof blijft nl. alleen bij zeer lage druk van de omringende gasatmosfeer een voldoende lange tijd schoon om er experimenten aan uit te voeren. Bij een druk van 10^{-7} mm Hg kan een schoon oppervlak in een tijd van de orde van 10 seconden reeds volledig met een monomoleculaire laag zijn bedekt; bij kamertemperatuur is het aantal per seconde uit de gasatmosfeer op één cm² invallende moleculen bij deze toch lage druk altijd nog 4×10^{13}. Een verlaging van de druk met b.v. een factor 1000 geeft een verlenging van de voor experimenten beschikbare tijd met dezelfde factor.

Tot voor enkele jaren meende men drukken in het gebied van 10^{-7} tot 10^{-10} mm Hg niet of nauwelijks te kunnen bereiken. Men beschouwde een druk van 10^{-7} mm Hg reeds als bijzonder laag en zocht de oorzaak van het niet bereiken van lagere drukken in een onvoldoende beheersing van de pomptechniek. In 1947 echter wees Nottingham [1]) op de mogelijkheid dat het in dit drukgebied gebruikelijke meetinstrument, de ionisatiemanometer, wel eens zou kunnen falen bij het aanwijzen van dergelijke zéér lage drukken. Deze onderzoeker maakte aannemelijk dat iedere ionisatiemanometer een zekere minimumaanwijzing vertoont, die afhangt van de constructie en die bij de tot dat tijdstip in gebruik zijnde instrumenten moest overeenkomen met een druk van 10^{-7} tot 10^{-8} mm Hg. In 1950 en 1951 werden door Bayard en Alpert [2]), door Lander [3]) en door Metson [4]) constructies van de manometer voorgesteld waarmee een aanzienlijke uitbreiding van het meetgebied werd bereikt. In 1953 en 1954 gaven Alpert [5]) en Alpert en Buritz [6]) in twee uitvoerige artikelen de beschrijving van een techniek welke het mogelijk maakt vacua te produceren en betrouwbaar te meten in het gebied van 10^{-9} tot 10^{-10} mm Hg.

We zullen in dit artikel een beschrijving geven van een pompopstelling waarmee drukken in het gebied van 10^{-10} tot 10^{-12} mm Hg bereikt worden, alsmede van een ionisatiemanometer waarmee drukmeting in dit gebied mogelijk is. Eerst echter behandelen we het probleem hoe de restaanwijzing van een ionisatiemanometer (en daarmee de kleinste meetbare druk) te verlagen, bespreken we de reeds vermelde methode waarmee Alpert een druk van 10^{-10} mm Hg bereikte, en geven we enige algemene gezichtspunten betreffende het pompproces bij zeer lage drukken. Uit deze gezichtspunten leiden we de principes af die aan het ontwerp van onze pompopstelling ten grondslag hebben gelegen.

[1]) W. B. Nottingham, mededeling aan D. Alpert; zie [5]).

[2]) R. T. Bayard en D. Alpert, Rev. sci. Instr. **21**, 571, 1950.
[3]) J. J. Lander, Rev. sci. Instr. **21**, 672, 1950.
[4]) G. H. Metson, Brit. J. appl. Phys. **2**, 46, 1951.
[5]) D. Alpert, J. appl. Phys. **24**, 860, 1953.
[6]) D. Alpert en R. S. Buritz, J. appl. Phys. **25**, 202, 1954.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Ionisatiemanometers voor zeer lage druk

In het drukgebied waarover we hier willen spreken, komt als drukmeter alleen de ionisatiemanometer in aanmerking. In de gewone uitvoering hiervan vindt men centraal in het elektrodensysteem de katode (meestal een wolfraamgloeidraad), vervolgens de anode, uitgevoerd als cilindrische draadspiraal, en om beide heen een tweede cilindrische spiraal, de ionencollector; zie *fig. 1*. Soms is tussen

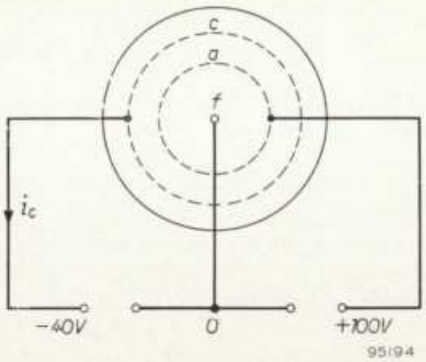


Fig. 1. Principe van de ionisatiemanometer. De door de katode *f* geëmitteerde elektronen worden in het veld tussen *f* en de anode *a* (uitgevoerd als cilindrische draadspiraal) versneld tot een zodanige kinetische energie dat ze gasmoleculen kunnen ioniseren. Zij komen uiteindelijk op *a* terecht. De in de ruimte tussen *a* en de collector *c* (evenzo uitgevoerd als de anode) gevormde positieve ionen bewegen zich naar de collector. De stroom i_c in de collectorketen is binnen een zeker drukgebied evenredig met de druk.

de katode en de anode nog een derde elektrode aangebracht, die gebruikt wordt voor de stabilisatie van de elektronenstroom [7]). Het instrument werkt aldus: De elektronen welke de katode verlaten, worden in het veld tussen katode en anode versneld tot ze een zo grote kinetische energie hebben dat ze een gasmolecuul kunnen ioniseren. De ionen die in de ruimte tussen katode en anode worden gevormd, spelen voor de meting geen rol; de positieve ionen echter die gevormd worden in de ruimte tussen anode en collector, bewegen zich naar de collector, die zich op een potentiaal bevindt die lager is dan die van de anode. De stroom die ten gevolge hiervan in de collectorketen loopt, is in een groot drukgebied evenredig met het aantal moleculen dat per volume-eenheid aanwezig is, en dus evenredig met de druk. Deze evenredigheid gaat echter verloren als de druk waarden bereikt in de buurt van 10^{-8} mm Hg. Zelfs blijkt de stroom niet te kunnen dalen beneden een bepaalde waarde, hoe laag de druk ook zij.

Wat is de oorzaak van deze restaanwijzing? Nottingham [1]) veronderstelt dat de reststroom niet het gevolg is van positieve ionen die de collector treffen, maar van elektronen die aan de collector worden vrijgemaakt en deze verlaten. Dit vindt plaats onder invloed van zachte röntgenstralen, die op de anode worden opgewekt door de invallende elektronen van de katode. Wenst men kleinere drukken te meten dan ongeveer 10^{-8} mm Hg, dan dient dit „röntgeneffect" dus verkleind te worden. Manometers waarin dit wordt gerealiseerd, zijn beschreven in de eerder genoemde publikaties [2]) [3]) [4]). Het instrument van Bayard en Alpert [2]) is constructief het eenvoudigste en wordt daarom het meest toegepast. Bij dit type ionisatiemanometer is de ionencollector een dunne draad, die centraal in de cilindrische anode is opgesteld. De gevoeligheid is bij deze elektrodenopstelling ongeveer dezelfde als bij de oude constructie. De katode is buiten de anode aangebracht. De kans op elektronenemissie van de ionencollector is nu sterk verminderd en het gelukt op deze wijze de „röntgengrens" te verschuiven naar een druk die 100-1000 maal zo klein is als in de oude uitvoering. De door ons gebouwde manometer, waarvan de uitvoeringsvorm in dit artikel zal worden beschreven, behoort eveneens tot het type met centrale collector.

Het bereiken van zeer lage drukken met de methode van Alpert

De door Alpert [5]) aangegeven techniek om drukken in het gebied van 10^{-10} mm Hg betrouwbaar te verkrijgen, berust op een eigenschap welke iedere ionisatiemanometer bezit, en die naar gelang van de omstandigheden zowel een voordeel als een nadeel kan betekenen. Deze eigenschap is het vermogen om gas aan de glaswand en aan bepaalde elektrodes min of meer blijvend te binden. Het blijkt dat de glaswand van de manometer in de meeste gevallen zich zodanig laadt dat positieve ionen hem kunnen bereiken, daar ontladen worden en als molecuul door de wand worden opgenomen. Ditzelfde kan gebeuren aan de elektrodes, voor zover ze een geschikte potentiaal hebben. Bij een elektronenstroom kleiner dan ongeveer 0,01 mA is dit pompeffect meestal gering, de werking is echter duidelijk aanwezig indien de elektronenstroom 0,1 mA of meer is. Bij de meting van de druk kan dit effect storen, doordat men de manometer meestal via een buis met de recipiënt zal moeten verbinden. Tussen de uiteinden van deze buis kan bij ongeschikte dimensionering een merkbaar drukverschil optreden, zodat de aanwijzing van de manometer geen directe maat is voor de druk in de recipiënt. Men kan het effect echter ook ten voordele gebruiken, en wel om de geringe hoeveelheden gas op te nemen die, zelfs na zeer zorgvuldig

[7]) Een instrument van dit type werd eerder in dit tijdschrift beschreven door E. Bouwmeester en N. Warmoltz: Philips techn. T. **17**, 96, 1955 (no. 3); zie ook Appl. sci. Res. **B 2**, 273, 1951.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

ontgassen van wanden en onderdelen, toch nog vrij blijven komen. Op deze wijze kan men de druk op een lage waarde brengen en handhaven.

De hierop berustende pompopstelling van Alpert bestaat uit een oliediffusiepomp, die de druk in het te evacueren systeem tot een waarde van ongeveer 10^{-7} mm Hg kan verlagen, een geheel metalen kraan, die de pomp van het systeem kan scheiden, en de manometer. Wil men nadat de lage druk bereikt is, nog een bepaald gas in het systeem toelaten, dan kan men gebruik maken van een tweede metalen kraan, die naar een voorraadsvat voert. Terwijl nu de eerstgenoemde metalen kraan geopend is en de diffusiepomp de druk in het systeem op ongeveer 10^{-7} mm Hg heeft gebracht, wordt het geheel — met uitzondering van de pomp — in een oven verhit en gedurende zes tot acht uren op een temperatuur van ongeveer 450 °C gehouden. Vervolgens worden de elektrodes van de manometer door elektronenbombardement heet gestookt en aldus ontgast. De kraan wordt hierna gesloten en de manometer in werking gesteld met een elektronenstroom van 10 mA. Men neemt nu waar dat de druk daalt en binnen een uur een waarde bereikt in het gebied van 10^{-9} mm Hg tot 10^{-10} mm Hg.

Welke factoren bepalen de laagste bereikbare druk?

We komen nu tot het afleiden van de principes volgens welke onze pompopstelling is gebouwd, uitgaande van een algemene beschouwing van het pompproces in het gebied van lage en zeer lage drukken en door een nadere analyse van de pompmethode van Alpert.

In het algemeen neemt men bij het evacueren van een ruimte waar dat de druk aanvankelijk meer of minder snel daalt en vervolgens een vrijwel constante waarde bereikt. Bij langer wachten blijkt dan toch de druk nog verder te verminderen, maar zeer veel langzamer dan in het begin. Voor de verklaring van dit drukverloop dient men te bedenken dat het gas dat door de pomp verwijderd wordt, aanvankelijk zowel aanwezig is in de ruimte, als gebonden aan de wanden en tevens in en aan onderdelen die zich in de ruimte bevinden. Het gas dat in de ruimte aanwezig is, verdwijnt betrekkelijk snel, des te sneller naarmate de pompsnelheid aan de uitgang van de ruimte [8]) voor de desbetreffende gassoort groter en het volume kleiner is. Het aan wanden enz. gebonden gas kan nu vrijkomen, en er zal zich een zodanige druk instellen dat de afgegeven hoeveelheid even groot is als die welke de pomp wegneemt. Er ontstaat een quasi-evenwicht — d.w.z. een quasi-stationaire stromingstoestand. De gasafgifte van de wanden neemt zeer langzaam af en de druk eveneens. De druk die in de ruimte heerst zodra de quasi-stationaire toestand zich heeft ingesteld, wordt bepaald door de per seconde vrijkomende hoeveelheid gas en de pompsnelheid.

Mathematisch kan men het verloop van de druk met de tijd als volgt beschrijven.

Stel dat de temperatuur constant en in het gehele systeem dezelfde is. Een hoeveelheid gas, d.i. een zeker aantal moleculen, is dan geheel bepaald door het produkt van druk en volume. De hoeveelheid gas van soort A die per seconde uit de gebonden toestand vrijkomt, stellen we voor door Q_A, die van gassoort B door Q_B, enz. De hoeveelheid gas van soort A die per seconde door de pomp wordt verwerkt, kan worden geschreven als $S_A p_A$, waarin S_A de pompsnelheid voor het gas A is en p_A deszelfs partiële druk.

Wordt nu de pomp direct — d.w.z. zonder tussenschakeling van een buis — verbonden met de te evacueren ruimte, dan is de druk aan de pompmond dezelfde als die in die ruimte. Voor de partiële druk p_A geldt dan de betrekking:

$$-V\frac{dp_A}{dt} - S_A p_A + Q_A = 0. \quad \ldots\ldots \quad (1)$$

Hierin is V het volume van de recipiënt en t de tijd. Voor de gassoorten B, C, enz. gelden overeenkomstige betrekkingen. Als nu Q_A slechts langzaam met de tijd verandert en S_A als onafhankelijk van p_A beschouwd mag worden, is de oplossing van deze vergelijking:

$$p_A = p_{A_0} e^{-\frac{S_A}{V}t} + \frac{Q_A}{S_A}\left(1 - e^{-\frac{S_A}{V}t}\right). \quad \ldots \quad (2)$$

Hierin is p_{A_0} de waarde van p_A op het tijdstip $t = 0$. Zolang t klein is, d.w.z. in het begin van het pompproces, is de eerste term van het rechterlid aanzienlijk groter dan de tweede en bepaalt dus vrijwel de waarde van p_A; de tweede term geeft aan, welke waarde de druk op den duur bereikt. Uiteraard hangt de tijd na welke de twee termen even groot zijn geworden, af van de waarden van Q_A, S_A, p_{A_0} en V. Voor de andere gassen (B, C, enz.) gelden weer overeenkomstige betrekkingen, en de totale druk wordt, als de gassen elkaar onderling niet beïnvloeden, gegeven door:

$$p = p_A + p_B + p_C + \ldots \quad \ldots\ldots \quad (3)$$

Een onderlinge beïnvloeding is althans in de ruimte niet aanwezig, aangezien de gemiddelde vrije weglengte in het drukgebied waarover gesproken wordt, zeer groot is en het aantal onderlinge botsingen gering is in vergelijking met dat tegen de wanden.

Zoals men uit (2) en (3) direct kan afleiden, wordt de waarde van p die zich in de ruimte op den duur instelt, bepaald door de vrijkomende hoeveelheid gas Q en de pompsnelheid S.

Wenst men de druk zo laag mogelijk te maken, dan dient men enerzijds de gasafgifte in de ruimte zo ver mogelijk te reduceren, anderzijds moet de

[8]) De pompsnelheid is de verhouding tussen de per seconde weggepompte hoeveelheid van een bepaald gas en de druk daarvan (beide gemeten op de plaats waarvoor men de pompsnelheid wil berekenen). De pompsnelheid wordt gewoonlijk gemeten in liters per seconde. Aan de mond van een vacuümpomp is deze verhouding in een groot drukgebied constant. In geval men te doen heeft met een mengsel van gassen, blijft het bovenstaande gelden, mits men voor iedere component met diens partiële druk rekent.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

pompsnelheid van de pomp zo groot mogelijk worden gemaakt. Ziet men af van lekken, dan kan de gasafgifte van de wanden gering gemaakt worden door deze langdurig te verhitten op een geschikte hoge temperatuur en bij een lage druk. Natuurlijk moet men in een hoogvacuümapparatuur het gebruik van stoffen die moeilijk gasvrij te maken zijn, vermijden. Men is daardoor in de materiaalkeus tot nu toe beperkt tot metalen en glas.

Opgemerkt dient nog te worden dat men uit het voorgaande niet mag concluderen dat de druk in een ruimte waarin de gasafgifte tot nul gereduceerd was, ook onbeperkt zou kunnen dalen. De pompsnelheid — we veronderstellen even dat we met één gassoort te maken hebben — is nl. niet onbeperkt constant, maar neemt af indien de druk beneden een zekere waarde daalt, en wordt uiteindelijk gelijk nul. De druk waarbij dit gebeurt, noemen we de grensdruk voor de betrokken gassoort. De waarde van deze grensdruk is voor iedere pomp een andere. Heeft men, zoals in de praktijk steeds het geval is, met een mengsel van gassen te doen, dan wordt de grensdruk voor alle componenten niet tegelijkertijd bereikt. Zodra de grensdruk van één der componenten bereikt is, begint de samenstelling die het gas op dat moment heeft, te veranderen, in dien zin dat het rijker wordt aan deze component, enz.

Wij beschouwen nu in het licht van het voorgaande de als pomp gebruikte ionisatiemanometer. Zeer gunstige eigenschappen zijn: 1) de kleine wandoppervlakte en de goede ontgasbaarheid, waardoor de gasafgifte klein gemaakt kan worden, en 2) het vermogen om ook bij zeer lage druk nog gas op te nemen. Minder goed is het echter gesteld met de pompsnelheid. Alpert [5]) schat voor zijn opstelling de pompsnelheid voor chemisch niet actieve gassen — dat zijn gassen die niet door de gloeiende katode worden opgenomen — op ongeveer 0,02 l/sec. Voor de chemisch actieve gassen, zoals zuurstof, is deze waarde aanzienlijk groter; het zijn de chemisch niet actieve gassen die de laagste bereikbare druk bepalen.

Een voor sommige experimenten hinderlijke omstandigheid is dat de pompende ionisatiemanometer het gas niet uit het systeem verwijdert. Altijd bestaat de mogelijkheid dat het weer uit de manometer vrijkomt. Wil men bij voorbeeld een experiment uitvoeren in een goed gedefinieerde atmosfeer met een druk van 10^{-8} mm Hg, dan zal men voor de partiële druk van vreemde gassen toch ten hoogste een waarde willen toelaten van 10^{-10} mm Hg. Men realiseert daartoe met het systeem van Alpert een dergelijk hoog vacuüm en laat daarna uit een voorraadsvat per tijdseenheid zoveel van het gewenste gas binnenstromen dat, met de pompende ionisatiemanometer, de druk de voorgeschreven waarde aanneemt. Aldus handelend heeft men evenwel niet de zekerheid dat de gassamenstelling die is welke men hoopte te krijgen. Doordat de gasvangende onderdelen van de manometer na toelaten van het vulgas worden blootgesteld aan een veel intensiever ionenbombardement dan voorheen, kunnen andere gassen, die eerder werden opgenomen, weer vrijkomen en de samenstelling van het gas dus geheel wijzigen. Bij de Penning-manometer is dit een goed bekend verschijnsel. Natuurlijk kan men aan dit effect ontkomen door, alvorens gas toe te laten, de manometer uit te schakelen. Men kan dan echter geen druk meer meten en bovendien wordt er vanaf dat ogenblik niet meer gepompt.

Een andere moeilijkheid die zich kan voordoen, hangt samen met de diffusie van helium uit de atmosfeer door de glaswand van de apparatuur. Alpert heeft zeer fraai laten zien dat dit verschijnsel inderdaad optreedt en in sommige gevallen de laagste bereikbare druk bepaalt [5]). Wel kan men de invloed van de diffusie beperken door een geschikte glassoort te gebruiken, maar wanneer het experiment hoge glaswandtemperaturen vraagt, kan deze diffusie toch hinderlijk worden. De eenvoudigste methode om dit helium, indien het storend is, te verwijderen, is het gebruik van een pomp die een veel grotere pompsnelheid heeft dan welke met een ionisatiemanometer bereikbaar is.

Ook in het volgende geval is de toepassing van een grote pompsnelheid gewenst. Wil men proeven aan oppervlakken uitvoeren bij zeer lage druk, zonder dat het gelukt de gasafgifte van de stof waaraan het experiment moet worden gedaan, klein te maken, dan is de enige mogelijkheid om de gewenste druk te krijgen, gelegen in het gebruik van een pomp met grote pompsnelheid.

Het zijn deze overwegingen geweest die ons hebben geleid tot de bouw van een pompopstelling die het gas blijvend uit het systeem verwijdert en waarmee betrekkelijk grote pompsnelheden worden verkregen, aanzienlijk groter dan met de ionisatiemanometer. Wij hebben hiermee drukken bereikt die ook met de verbeterde ionisatiemanometer niet meer te meten waren. Naar schatting was de druk bij onze experimenten lager dan 10^{-12} mm Hg.

De pompopstelling

Keuze en constructie van de vacuümpomp met toebehoren

Stelt men zich ten doel een pompopstelling te bouwen met een grote pompsnelheid voor alle gassen, dan ligt het gebruik van een diffusiepomp

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

wel zeer voor de hand. Weliswaar neemt de snelheid van deze pomp in het algemeen af bij toenemend molecuulgewicht van het gepompte gas, maar dit effect is niet heel groot [9]). Diffusiepompen met grote pompsnelheid kunnen gemakkelijk worden gemaakt. Een andere vraag is evenwel of de druk waarbij de pompsnelheid nihil wordt — de eerder genoemde grensdruk — bij dit type voldoende laag is. Dat deze grensdruk volstrekt niet bij 10^{-7} mm Hg behoeft te liggen, zoals men vroeger, misleid door de restaanwijzing van de manometer, meende, maar misschien veel lager kan zijn, is uit het voorgaande duidelijk gebleken.

Enige jaren geleden is in dit tijdschrift reeds een beschrijving van de werking van een diffusiepomp gegeven [10]). Wij zullen hier met enkele opmerkingen volstaan, die nodig zijn voor een juist begrip van het probleem dat ons nu bezighoudt. De werking van dit type pomp berust, zoals de naam aangeeft, op de diffusie van het te pompen gas in een dampstroom. Deze dampstroom wordt in de pomp geproduceerd door het laten koken van een vloeistof die zich voor deze toepassing leent (kwik, olie). We zullen verder steeds spreken van gas en damp, om de media gemakkelijk van elkaar te kunnen onderscheiden. De dichtheid van de damp is veel groter dan die van het te pompen gas, en de gasmoleculen worden in de stroom meegenomen. De damp wordt vervolgens gecondenseerd (vandaar ook de naam condensatiepomp) en het gas, dat nu in het algemeen een grotere dichtheid heeft dan aan de pompmond, wordt door een tweede diffusietrap verwerkt. Hier herhaalt zich hetzelfde proces. Eventueel volgen nog één of meer trappen, en ten slotte verlaat het gas het systeem via een (mechanische) voorpomp. In sommige gevallen bevat de diffusiepomp maar één trap. Het gas verlaat dan deze pomp met een kleinere druk dan bij een meertrapspomp het geval is; aan de voorpomp worden in zo'n geval zwaardere eisen gesteld wat de pompsnelheid bij lage drukken betreft.

We zullen nu nagaan welke factoren de grensdruk aan de pompmond bepalen en op welke wijze deze zo klein mogelijk gemaakt kan worden. Die factoren zijn:

a) De druk van de verzadigde damp van de gebruikte pompvloeistof en van de ontledingsprodukten van deze vloeistof, die door het koken ontstaan. Door enige met vloeibare stikstof gevulde koelers tussen de pomp en de recipiënt te plaatsen, kan men de kans dat een molecuul van deze dampen de recipiënt bereikt, zeer sterk verkleinen. Deze koelers dienen een zo groot mogelijk geleidingsvermogen voor de gasstroom te hebben om de uiteindelijke pompsnelheid in de recipiënt niet te veel te verkleinen; daarnaast moet de kans dat een dampmolecuul een koeler passeert, zo klein mogelijk worden gemaakt. Het is echter niet zo dat alle ontledingsprodukten bij de temperatuur van de koeler (—196 °C) een zo lage dampdruk hebben dat zij onschadelijk zijn. Enige door ons uitgevoerde kwalitatieve experimenten hebben dit bevestigd [11]). Metingen met een massaspectrometer hebben aangetoond dat bij het koken van organische pompvloeistoffen koolwaterstoffen met laag molecuulgewicht ontstaan [12]). Om deze redenen hebben wij voor de pompvloeistof kwik gekozen.

b) De gasafgifte van de pomp zelf — speciaal van het deel waar het gas passeert vóór het de diffusiezone binnengaat — en de gasafgifte van alle onderdelen van het te pompen systeem. Zoals reeds is vermeld, wordt de gasafgifte van de onderdelen klein gemaakt door verhitting bij lage druk op voldoend hoge temperatuur. Wij hebben daarom de pompopstelling zo geconstrueerd dat het meest kritieke deel van de pomp — datgene nl. dat voor de pompwerking zorgt; in ons geval: het bovenstuk — in een oven verhit kan worden. Hetzelfde geldt voor de koelers.

c) De terugdiffusie van gas in de pomp tegen de dampstroom in. De bijdrage hiervan kan worden verminderd door de druk aan de uitgang van de pomp zo laag mogelijk te maken. Dit kan gemakkelijk bereikt worden door als voorpomp een tweede diffusiepomp te nemen. In onze opstelling kan deze tweede pomp aan zijn pompmond een druk bereiken van 10^{-7} mm Hg. Dit is tevens gunstig voor het ontgassen van de eerste pomp.

Indien andere effecten verwaarloosbaar zijn, zodat de waarde van de grensdruk bepaald wordt door de terugdiffusie — we denken weer aan één gassoort —, bestaat er bij een diffusiepomp een constante verhouding tussen de druk aan de pompmond en die aan de uitgang. De waarde van deze verhouding varieert uiteraard met de snelheid van de dampstroom, d.w.z. met het toegevoerde vermogen, en met de aard van het gas. De verhouding is het grootst, d.w.z. de terugdiffusie is het hinderlijkst, bij lichte gassen. Bij de door ons geconstrueerde pomp is deze verhouding voor waterstof en bij een matig grote waarde van het toegevoerde vermogen kleiner dan 10^{-6}. Bij een normale waarde van het vermogen en bij het pompen van zwaardere gassen is deze verhouding dus nog aanzienlijk kleiner.

---

[9]) De pompsnelheid varieert van gas tot gas ongeveer evenredig met de wortel uit het molecuulgewicht. Verder zij eraan herinnerd dat de pompsnelheid afhangt van de druk, zodat men er niet zonder meer één waarde voor kan geven.

[10]) F. A. Heyn en J. J. Burgerjon, Philips techn. T. **14**, 301-304, 1952.

[11]) Onderzocht werden Apiezon A en C, Octoil S en Silicone DC 703. Zie ook: C. Hayashi, J. Phys. Soc. Japan **9**, 287, 1954.

[12]) J. Blears, J. sci. Instr. suppl. no. 1 (Vacuum Physics), 36, 1951.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

d) Het feit dat de pompvloeistof zelf niet geheel gasvrij is en ook niet gasvrij gemaakt kan worden. Bij het condenseren van de damp lost daarin nl. een zekere fractie van het weggepompte gas op. Indien

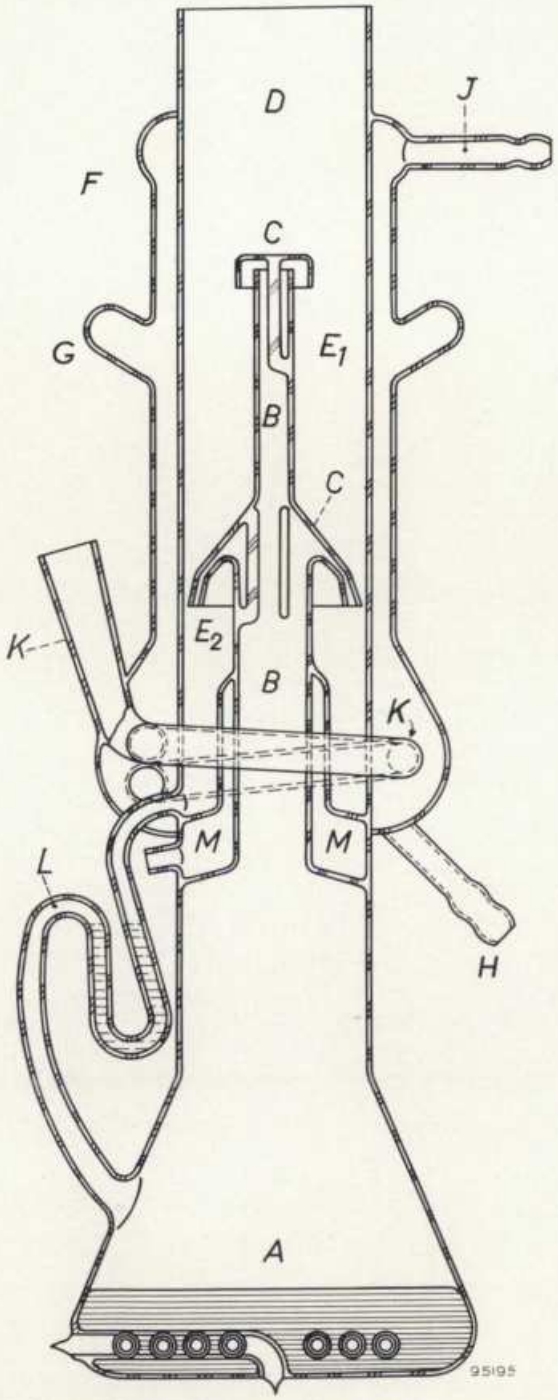


Fig. 2. Doorsnede van de glazen tweetrapskwikdiffusiepomp. *A* kookvat met gloeispiraal. *B* schoorsteen. *C* deflectors. *D* pompmond. E_1 en E_2 diffusieruimte van de beide trappen. *F* koelmantel met expansiering *G*. *H* en *J* toe- resp. afvoer voor koelwater. *K* uitlaat; om volledige condensatie van het kwik te bereiken, bevindt een vrij lang stuk van de uitlaatbuis zich binnen de koelmantel, *L* terugvloeibuis voor gecondenseerd kwik, tevens fungerend als afsluiter en manometer, *M* ruimte verbonden met voorvacuümruimte, dienend voor warmte-isolatie tussen kookvat en koeler. Deze isolatie beperkt warmteverliezen en vermindert de kans op breuk van het glas ten gevolge van thermische spanningen.

Fig. 3. De glazen tweetrapskwikdiffusiepomp.

men, door zorgvuldig gekozen maatregelen, de invloed van de bovengenoemde factoren (a), (b) en (c) zoveel mogelijk gereduceerd heeft, kan het voorkomen dat het hier genoemde effect de laagste bereikbare druk bepaalt. In dit geval is deze druk in een relatief groot gebied onafhankelijk van de voorvacuümdruk [13]).

[13]) N. A. Florescu, Vacuum **4**, 30, 1954 (no. 1).

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Fig. 2 toont een doorsnee van de door ons ontworpen diffusiepomp, die met name aan de in (b) genoemde eis voldoet; *fig. 3* is er een foto van. Het is, zoals de figuren tonen, een glazen tweetrapspomp. De constructie ervan is zodanig dat het gedeelte dat voor de pompwerking zorgt — in ieder geval wat de eerste trap betreft — in een oven geplaatst kan worden ter ontgassing. Hiertoe is o.a. het kookvat met kwik zo laag mogelijk geplaatst. Voor de verdere bijzonderheden ervan moge worden verwezen naar het onderschrift van fig. 2. De pompsnelheid voor stikstof bedraagt 60 l/s; het hoogste toelaatbare drukverschil tussen ingang en uitgang (de zg. maximale tegendruk) is voor lucht bij een opgenomen vermogen van 400 watt 0,5 mm Hg [14]).

De uitvoering van de koelers [15]) is geschetst in *fig. 4*. Zowel de binnen- als de buitenwand van de ruimte tussen de in- en de uitlaat van een koeler kan b.v. met vloeibare stikstof gekoeld worden. Een kwikatoom moet zeker één maal de koude wand treffen, wil het de koeler passeren. Er zijn uitvoeringen gemaakt met verschillende afmetingen, die een geleidingsvermogen voor stikstof hebben van resp. 25 l/s en 15 l/s. De foto *fig. 5* toont een exemplaar van het eerste type.

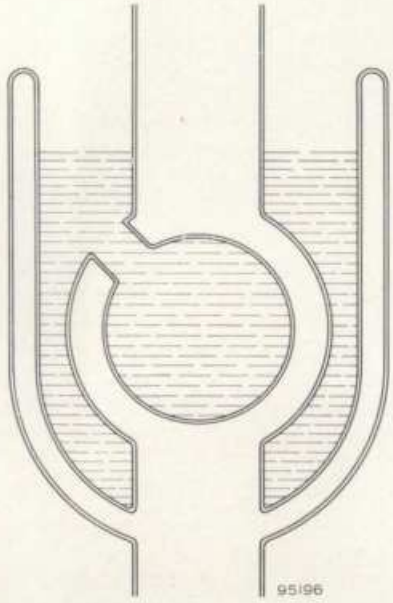


Fig. 4. Schematische doorsnede van een koeler met zeer groot geleidingsvermogen en groot condensatierendement.

[14]) Indien het drukverschil tussen ingang en uitgang van een diffusiepomp een zekere waarde overschrijdt, daalt de pompsnelheid sterk. De waarde van deze tegendruk is van de orde van grootte van 0,01 tot 1 mm Hg. Door de uitvoering als tweetrapspomp is de tegendruk van de hier beschreven pomp voldoende om de pomp ook „normaal" te gebruiken in combinatie met een roterende voorpomp. Voor ons doel is, naar gebleken is, een ontgasbare eentrapspomp óók geschikt.

[15]) Ontworpen in samenwerking met J. H. N. van Vucht.

Fig. 5. Een van de drie koelers.

De pompopstelling; het werken ermee

Bij de bouw van de pompopstelling werd van de gedachte uitgegaan dat de recipiënt het langst diende te kunnen worden ontgast, omdat daar de pompsnelheid voor die gassen waarvoor de koelers niet effectief zijn, het kleinst is. *Fig. 6* toont een foto van de opstelling. De glazen diffusiepomp steekt half door het asbest-cementen blad van een experimenteertafel, zodanig dat de bovenste trap van de diffusiepomp zich boven het blad bevindt. Daarboven ziet men achtereenvolgens drie koelers, gevolgd door de recipiënt en de manometer. Onder het blad bevinden zich een metalen kwikdiffusiepomp, die als voorpomp dienst doet, en een vacuümketel. Deze ketel wordt achter de metalen pomp aangesloten zodra de grootste hoeveelheid gas is weggepompt. Tot dat ogenblik is deze pomp verbonden met een roterende oliepomp. De druk in de ketel mag tot ongeveer 5 mm Hg oplopen, zonder dat de pompsnelheid van de metalen pomp ernstig vermindert. Onder het tafelblad bevindt zich ook

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

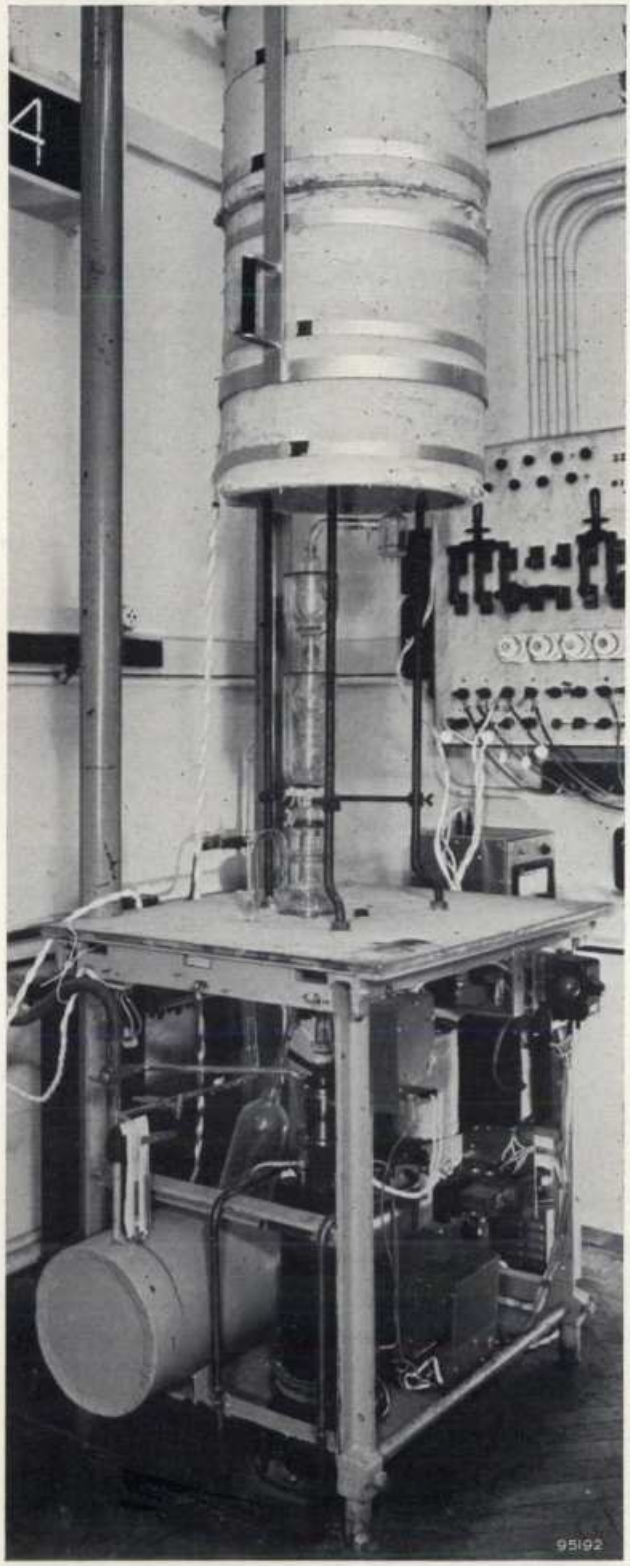


Fig. 6. De pompopstelling voor het bereiken van extreem lage drukken. De glazen tweetrapskwikdiffusiepomp bevindt zich deels boven en deels onder het tafelblad van asbest-cement. Verder ziet men onder dit blad de metalen diffusiepomp die als voorpomp fungeert, en de vacuümketel. Boven de glazen pomp ziet men omhooggaand achtereenvolgens drie koelers, een naar rechts omgebogen buis, die als recipiënt beschouwd kan worden, en daaraan een ionisatiemanometer van speciale constructie. De oven, op de foto geheel boven, kan neergelaten worden tot op de tafel. Alle delen van de opstelling die zich boven het tafelblad bevinden, kunnen dus worden verhit.

de beveiligingsapparatuur, welke de elektrische stroom uitschakelt (zowel de metalen als de glazen pomp wordt elektrisch verwarmd) als de waterdruk te veel vermindert of als de gasdruk ten gevolge van een lek boven een voorgeschreven waarde stijgt. Tussen de beide diffusiepompen is nog een kraan aangebracht, die in een dergelijk geval automatisch sluit.

Het gedeelte van de opstelling dat zich boven de tafel bevindt, kan tot 450°C worden verhit. De oven waarmee dit geschiedt, kan na gebruik omhooggeschoven worden tot in de positie waarin hij zich op de foto bevindt.

Ten aanzien van het rendement van de koelers nog het volgende. De kans dat een kwikatoom het gekoelde oppervlak waartegen het botst weer verlaat, is niet nihil. Deze kans is hier zelfs groter dan in het geval van een afgesloten ruimte die zich op de temperatuur van vloeibare stikstof bevindt; de „temperatuur" van het invallende atoom is nl. niet altijd na één botsing gelijk aan die van de wand geworden. Verder is de dichtheid van de kwikdamp bij de ingang van de eerste koeler nog zo groot dat de gemiddelde vrije weglengte der atomen van de orde van grootte van de afmetingen van de koeler is. Dit betekent dat de kwikatomen hier nog een niet te verwaarlozen aantal onderlinge botsingen uitvoeren, wat sommige in staat stelt de koeler te passeren zonder met een wand in aanraking te zijn geweest. Inderdaad treft men achter de eerste koeler nog kwik aan. Een tweede koeler in serie met de eerste is daarom noodzakelijk, maar het is gebleken dat men, als men langer dan ongeveer 24 uur wil werken, zelfs een derde koeler nodig heeft om de druk in het gebied van 10^{-11} mm Hg te houden.

Men moet dan ook nog een andere maatregel nemen, en wel het automatisch constant houden van het vloeistofniveau in de koelers. Wij hebben, om dit te bereiken, gebruik gemaakt van een apparatuur, beschreven door Feld en Klein [16]), zie *fig.* 7. De koeler R (hier slechts schematisch weergegeven) wordt gevuld uit een voorraadsvat C met behulp van een hevel S. De druk boven de kokende vloeistof in het vat wordt geregeld door de temperatuur in het vaatje T, dat met lucht is gevuld. Stijgt deze temperatuur boven een bepaalde waarde, dan wordt de druk in het vaatje zo groot dat het kwik in de afsluiter V de opening O afsluit, waardoor de druk in C gaat stijgen. Er zal nu spoedig vloeistof door de hevel stromen, het vloeistofniveau in de koeler stijgt en de temperatuur in T daalt weer. De afsluiter gaat dan weer open, de druk boven de vloeistof in C zakt en de vloeistoftoevoer stopt. Dit systeem werkt zeer betrouwbaar en is constructief eenvoudig.

Het ontgassen en in werking stellen van de vacuumopstelling geschiedt als volgt. Aanvankelijk rust de oven op het tafelblad. Alles wat zich boven het tafelblad bevindt, wordt verhit, en de glazen pomp kan zolang dit duurt uiteraard niet functioneren, evenmin als de koelers. Gepompt wordt met de metalen voorpomp. Nadat dit geruime tijd, b.v. een hele nacht, geduurd heeft, wordt de oven zo ver omhoog geschoven dat de glazen pomp in gebruik kan worden genomen. De rest blijft nog op 450 °C.

[16]) M. Feld en F. S. Klein, J. sci. Instr. **31**, 474, 1954.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Het ontgassingsproces wordt nu op effectiever wijze voortgezet doordat de druk van alle gassen in het systeem (behalve kwik) door het in werking komen van de glazen pomp sterk daalt. De pompsnelheid wordt nl. ongeveer een factor 50 groter. Na enkele uren wordt de oven nog verder omhoog gebracht en de vrijgekomen koeler met vloeibare stikstof gevuld. Met tussenpozen van enkele uren worden ook de andere koelers in gebruik genomen.

De onderdelen van een eventueel in de recipiënt aanwezige proefopstelling worden nu, terwijl de wand van de recipiënt zich nog op 450 °C bevindt, tot een aanzienlijk hogere temperatuur verhit en aldus grondig ontgast. De opstelling dient uiteraard zó ontworpen te zijn dat dit mogelijk is. Tegelijkertijd gebeurt hetzelfde met de elektrodes van de ionisatiemanometer. Ten slotte laat men ook dit laatste gedeelte afkoelen. In het geval dat boven de laatste koeler alleen de manometer is aangesloten, is de druk daarin dan gedaald tot beneden de ondergrens van het meetgebied van deze manometer, d.w.z. tot beneden ongeveer 10^{-12} mm Hg.

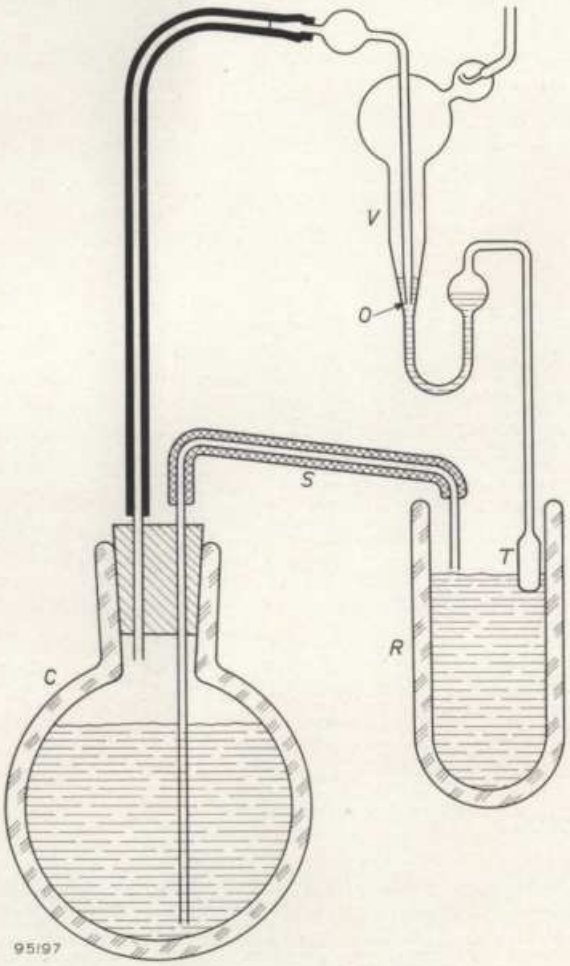


Fig. 7. Apparatuur die de vloeibare stikstof in een koeler automatisch op het juiste niveau houdt. In de koeler *R* bevindt zich op geschikte hoogte het vaatje *T*, dat lucht bevat en verbonden is met de buis *V*. Indien het niveau van de vloeibare stikstof in *R* daalt, stijgt de temperatuur van *T*, de druk van de lucht neemt toe en op zeker ogenblik sluit het kwik in *V* de opening *O* af. De verbinding tussen het voorraadsvat *C* en de buitenlucht is nu afgesloten. De druk boven de kokende vloeistof in *C* stijgt en na enige tijd treedt de hevel *S* in werking. Zodra de temperatuur van *T*, door het stijgen van het stikstofniveau in *R*, zo ver is gedaald dat *O* weer opengaat, houdt de hevel op te functioneren.

Is de proefopstelling van zodanige aard dat in geen enkel stadium van de operaties kwikdamp in de recipiënt aanwezig mag zijn, dan kunnen de glazen diffusiepomp en de eerste koeler niet in de oven verhit worden. Men zal dan de overblijvende twee koelers met de recipiënt en de manometer een voldoend lange tijd dienen te verhitten. Verder verloopt het ontgassingsproces op gelijke wijze.

Het spreekt vanzelf dat de hier beschreven verticale opstelling slechts één voorbeeld is van allerlei mogelijkheden. Met behoud van het principe kan men ook andere opstellingen bouwen, eventueel met meer ovens.

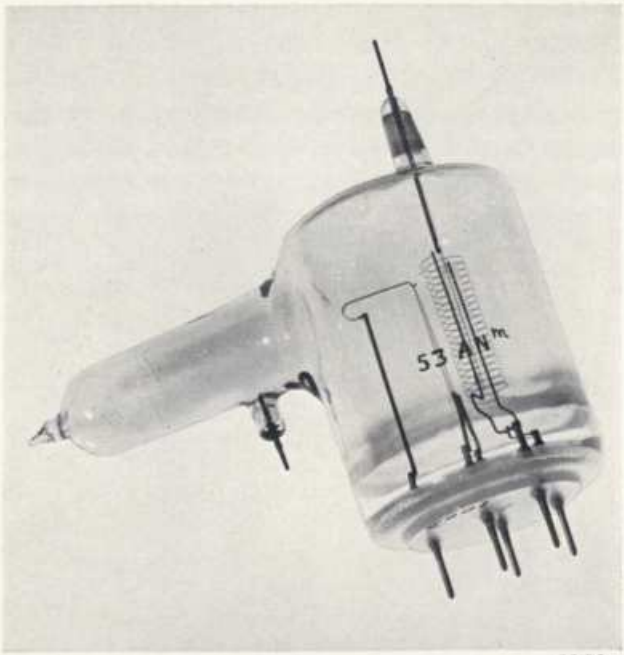
Men kan zich afvragen of tegenover de hier bereikte vergroting van de pompsnelheid (deze kan in de recipiënt 5-10 l/sec bedragen) niet een zodanige vergroting van de totale gasafgifte van de wand staat, dat ten aanzien van de laagste bereikbare druk tòch geen verbetering is geboekt in vergelijking tot de pompmethode met de ionisatiemanometer. Daar immers was weliswaar de pompsnelheid klein, maar óók de gasafgevende oppervlakte. Een kwantitatieve beschouwing van dit probleem (zie het Aanhangsel) heeft geleerd dat zulks niet het geval is en dat wel degelijk een aanzienlijke winst in de bereikbare druk mogelijk is.

De ionisatiemanometer

Bij het ontwerp van de manometer zijn we uitgegaan van de wens deze zodanig te construeren dat de benedengrens van het meetgebied zo laag zou liggen als een eenvoudige en robuuste constructie toelaat, dat de elektrodes goed ontgasbaar zouden zijn en dat de gasafgifte zo gering mogelijk zou zijn. *Fig. 8* toont de uitvoering tot welke wij gekomen zijn. Terwille van de eerste der genoemde eisen zijn de elektrodes op dezelfde wijze opgesteld als in het instrument van Bayard en Alpert; terwille van een minimale gasafgifte hebben wij geen stabilisatierooster aangebracht en bovendien de afmetingen van de elektrodes vrij klein gekozen. Dit leidt wel tot een geringere gevoeligheid, maar we hebben gemeend dit minder zwaar te moeten rekenen dan de behaalde winst. De anode is van molybdeen en bestaat uit een cilindrische draadspiraal, die tussen twee steunbalken is gemonteerd; katode en collector zijn van wolfraam. Het gloeivermogen van de katode is betrekkelijk klein en bovendien is deze centraal

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023



95193

Fig. 8. De ionisatiemanometer. De ionencollector is een dunne draad die zich binnen de anode bevindt. De katode bevindt zich daarbuiten. Om sterke plaatselijke verwarming van de wand te vermijden, is de katode centraal in de ruimte opgesteld. De glaswand is bedekt met een geleidende laag.

in de buis opgesteld. Door deze maatregelen kan de buiswand op geen enkele plaats in belangrijke mate in temperatuur stijgen en is de kans op gasafgifte van de wand ten gevolge van bestraling zeer klein. Ten slotte is de glaswand aan de binnenzijde geleidend gemaakt. Dit is noodzakelijk gebleken, vooral bij het werken met kleine elektronenstromen. Indien de wandpotentiaal niet wordt gefixeerd, kan deze allerlei waarden aannemen. Het gevolg hiervan kan zijn dat de elektronenbanen zich wijzigen, hetgeen zich uit in een verandering van de gevoeligheid. Men kan dan vinden dat bij dezelfde druk twee instellingen van de buis mogelijk zijn, gekenmerkt door verschillende ionenstromen. De wand wordt meestal gebracht op de potentiaal van de ionencollector [17]).

De verhitting van de elektrodes voor het ontgassen kan, met uitzondering van de katode, het best geschieden door elektronenbombardement. Niet alleen de anodedraden en de ionencollector, maar ook de steunbalken van de anode kunnen op deze wijze tot 1100-1200 °C verhit worden. Deze verhittingsmethode heeft bovendien nog het voordeel dat bepaalde verontreinigingen op de elektrodes, welke ook bij hoge temperatuur een geringe dampdruk hebben, onder invloed van de snelle elektronen dissociëren en dientengevolge tòch snel verdwijnen. Het vermogen dat toegevoerd moet worden om anode en collector op de genoemde temperatuur te brengen, is 15 tot 20 watt. Bij een anodespanning van 150 V correspondeert de bijdrage van het röntgeneffect tot de collectorstroom met een druk van 5×10^{-11} mm Hg indien de collectordraad 25 μ dik is, en met 2×10^{-10} mm Hg indien deze draad 150 μ dik is. De bovengrens van het meetgebied en de gevoeligheid zijn dezelfde als bij een instrument van de oude constructie.

Het niet toepassen van het stabilisatierooster maakt een uitbreiding van de elektrische apparatuur nodig. Wil men de elektronenstroom gedurende enige tijd constant houden — en dit is voor de meting toch wel zeer gewenst —, dan kan dit alleen geschieden door de temperatuur van de katode automatisch te regelen, d.w.z. door de gloeistroom te doen besturen door de elektronenstroom zelf. Dit eist uiteraard een extra-schakeling in de hulpapparatuur. Heel erg belangrijk is dit niet, vooral omdat deze apparatuur hiermee bruikbaar wordt voor verschillende typen manometers (mits niet al te zeer in eigenschappen verschillend) en de kans op vervanging van de manometerbuis groter is dan die op vervanging van de hulpapparatuur. Bovendien wordt de buis door de minder gecompliceerde bouw goedkoper.

Elektrische eigenschappen

Zoals reeds in de inleiding is vermeld, bestaat de collectorstroom i_c van een ionisatiemanometer uit twee bijdragen: die van de uit het gas afkomstige positieve ionen, i_i, en die van de elektronen, vrijgemaakt door de röntgenstralen van de anode, welke bijdrage we i_p zullen noemen.

Deze twee bijdragen hangen op verschillende wijze af van de elektronenenergie. Het verband tussen i_i en de anodespanning V_a wordt gegeven door een kromme die grote gelijkenis vertoont met die welke de ionisatiewaarschijnlijkheid weergeeft als functie van de elektronenenergie. Deze kromme heeft een vlak maximum, dat voor de meeste gassen bij ongeveer 100 V ligt. Wat i_p betreft: Alpert [5]) heeft erop gewezen dat i_p evenredig is met V_a^{α}, waarbij α een waarde heeft welke ligt tussen 1,5 en 2.

Het bovenstaande stelt ons in staat het verloop te begrijpen van de krommen die in *fig. 9* het verband tussen i_c en V_a weergeven. De diverse krommen gelden voor verschillende drukken en zijn verkregen met twee exemplaren van de nieuwe ionisatiemanometer, met een collectordraaddikte van resp. 150 μ en 25 μ.

We beschouwen allereerst de krommen *1* en *2*, pie gelden voor de relatief hoge druk van ca. 10^{-6} mm Hg. Hier valt i_p in het niet tegenover i_i, d.w.z de.

[17]) Nottingham (Vacuum Symposium Transactions blz. 76, Committee on Vacuum Techniques, Boston, Mass. U.S.A. 1954) heeft dit effect bestreden door een extra-elektrode aan te brengen om het gewone elektrodensysteem heen en vrij dicht bij de glazen wand. Deze oplossing vergroot echter de hoeveelheid materiaal en maakt ook de verhitting wat ingewikkelder.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

krommen tonen met goede benadering het bovengenoemde verband tussen i_i en V_a. Kijken we nu naar kromme 5, d.w.z. de laagst gelegene van de krommen die gelden voor de manometer met dikke collectordraad. We zien dat deze kromme, vooral bij hoge V_a, nadert tot een rechte met hellingscoëfficiënt 1,8 (punt-streeplijn). Hier is blijkbaar de röntgengrens bereikt (i_p was immers evenredig met V_a^u) en speelt i_i geen grote rol meer. De kromme 3 neemt blijkbaar een tussenpositie in. De kromme 4 geldt voor dezelfde druk, maar is verkregen met de andere manometer; deze kromme vertoont bij die druk echter nog steeds het „i_i-karakter". De röntgengrens van deze manometer komt blijkbaar overeen met een druk die ca. 10 maal zo klein is als die welke we vonden bij de manometer met dikke collectordraad.

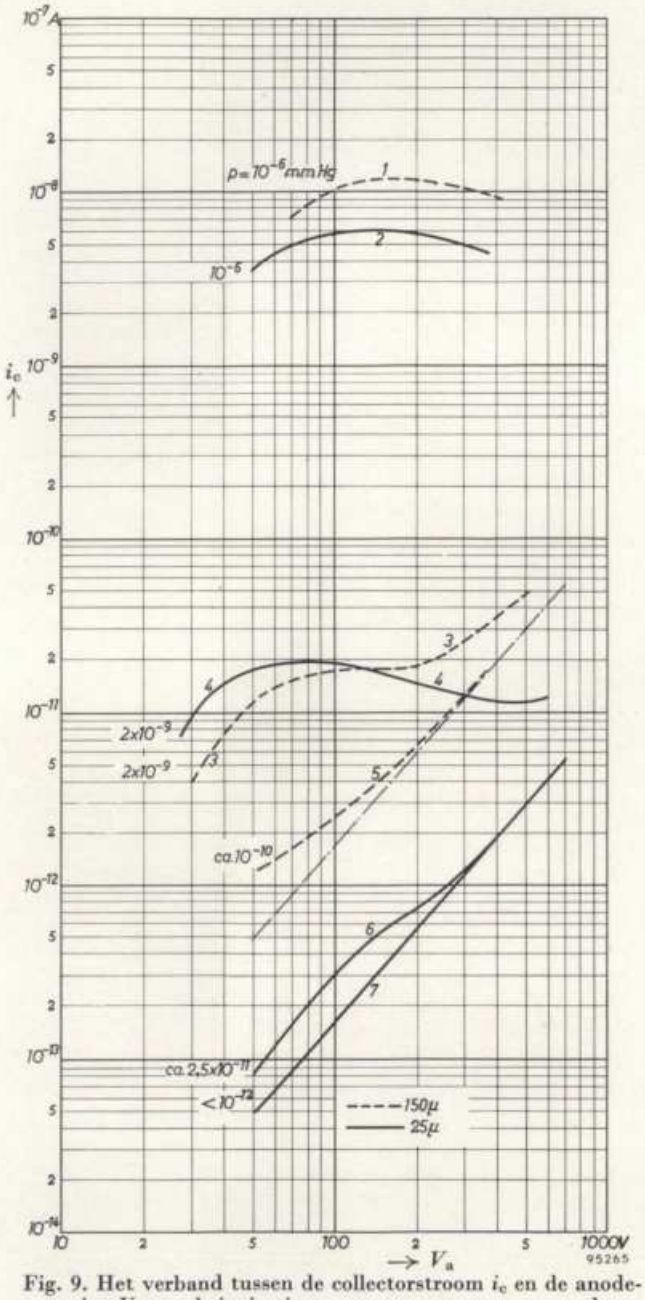


Fig. 9. Het verband tussen de collectorstroom i_c en de anodespanning V_a van de ionisatiemanometer, voor twee exemplaren en bij verschillende gasdruk. De krommen die gelden voor de manometer met een collectordraad van 150 μ dikte, zijn gestreept, die voor de manometer met een collectordraad van 25 μ zijn getrokken. Bij relatief hoge druk is $i_c \approx i_i$, de ionenstroom, en vertoont de curve ongeveer het verloop van een ionisatiewaarschijnlijkheidskromme. Bij relatief lage druk is $i_c \approx i_p$ en is het (logaritmisch uitgezette) verband lineair. De hellingscoëfficiënt ligt tussen 1,5 en 2. De metingen zijn gedaan bij een elektronenstroom van 1 mA. (Een aantal metingen werd uitgevoerd door S. Garbe en A. Klopfer van het Philipslaboratorium te Aken.)

Bij één der experimenten bevond de manometer met dunne draad zich in de boven beschreven pompopstelling voor extreem lage druk. In de periode waarin de druk nog langzaam daalde, werd op zeker ogenblik een aantal metingen gedaan die zijn samengevat in kromme 6. De druk was toen reeds gedaald tot ca. $2{,}5\times10^{-11}$ mm Hg. De metingen die werden uitgevoerd toen i_c niet meer afnam, worden voorgesteld door kromme 7. Deze is niet meer te onderscheiden van een rechte die met het röntgeneffect overeenkomt d.w.z. de druk — die dus uit deze metingen niet meer met enige precisie te berekenen is — moet lager geweest zijn dan 10^{-12} mm Hg [18]).

De ionenstroom i_i, waaruit men uiteindelijk de druk in de manometer moet afleiden, is evenredig met deze druk en uiteraard óók met het aantal elektronen dat per tijdseenheid door de katode wordt geëmitteerd, d.w.z. met de elektronenstroom i_e. In formule:

$$i_i = k\, p\, i_e.$$

De evenredigheidsfactor k hangt af van de aard van het gas. Dit is een gevolg van het feit dat de kans op ionisatie door een elektron van bepaalde kinetische energie van gas tot gas verschilt. Men noemt k de gevoeligheid van de manometer. Bij de beschreven manometer is, indien men p uitdrukt in mm Hg en bij een V_a-waarde van 150 V, voor stikstof $k = 11{,}2$ voor de manometer met de dikke collectordraad, en 7,2 voor de andere.

De bepaling van deze constante is gedaan in het aanwijzing van de ionisatiemanometer te vergelijken drukgebied van 10^{-3} tot 10^{-5} mm Hg, en wel door de met die van een McLeod-manometer. In dit drukgebied speelt i_p een zodanig ondergeschikte rol dat men de collectorstroom i_c gelijk aan i_i mag stellen. Alpert [5]) heeft aangetoond dat voor het beschreven type manometer de in dit drukgebied gevonden waarde voor k óók geldt bij aanzienlijk lagere druk.

[18]) Deze druk is berekend, aannemende dat het gas waarmee we te maken hadden, stikstof was. De ware samenstelling ervan was onbekend. Dit gas is immers geen restant van de vroeger aanwezige gasvulling van de recipiënt (b.v. lucht), maar bestaat uit moleculen die door de wanden zijn afgegeven.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Overzien we thans wat er op het gebied van het produceren en meten van extreem lage drukken bereikt is en op welke manier dat is gebeurd, dan kan het volgende worden gezegd:

1) Het verlagen van de röntgengrens van de ionisatiemanometer tot in het gebied van 10^{-12} mm Hg is gelukt door toepassing van de elektrodenopstelling van Bayard en Alpert en door een dunne collectordraad te gebruiken (25 μ).

2) Drukken van minder dan 10^{-12} mm Hg konden worden verkregen door:

a) de pompopstelling uit te rusten met een pomp met grote pompsnelheid; hiervoor is een glazen kwikdiffusiepomp gebruikt;

b) het aanbrengen tussen pomp en recipiënt van drie koelers van speciale constructie (zo groot mogelijk geleidingsvermogen en zo groot mogelijke condensatiekans);

c) het gasafgevend oppervlak van de opstelling en van het materiaal daarin zo klein mogelijk te houden;

d) de opstelling zodanig te construeren dat niet alleen de recipiënt, de manometer en de koelers, maar ook de eerste pomp in een oven verhit kunnen worden ter ontgassing. Ten einde hiervoor een voldoend lage druk te hebben, volgt op de genoemde pomp niet direct een roterende voorpomp, maar eerst nog een tweede diffusiepomp;

e) de terugdiffusie in de glazen pomp klein te maken. Hiervoor is eveneens noodzakelijk een zeer lage voorvacuümdruk, d.w.z. het gebruik van een tweede diffusiepomp als voorpomp.

Wenst men in de recipiënt instrumenten aan te brengen voor het doen van onderzoekingen, dan dienen die even grondig ontgast te kunnen worden als hierboven voor de elektrodes van de manometer beschreven is. Ze moeten dus zo geconstrueerd zijn dat b.v. hoogfrequentieverhitting mogelijk is.

Aanhangsel: Berekening van de drukverdeling in onze pompopstelling en van de laagste in de manometer bereikbare druk

We zullen thans de formule voor de drukverdeling in de pompopstelling afleiden en met behulp van deze formule de laagste druk berekenen die in de manometer bereikt kan worden. We zullen daarna deze druk vergelijken met die welke met een als pomp gebruikte ionisatiemanometer verkregen kan worden. Bij het afleiden van genoemde formule zien wij ter vereenvoudiging af van de bijzondere vorm van de gebruikte koelers. We beschouwen de te evacueren ruimte eenvoudig als een cilindrische buis, die aan één einde gesloten is en aan het andere eind verbonden is aan een pomp. We veronderstellen verder dat het gas dat van de wanden vrijkomt, niet door de koelers wordt gebonden. (Dit gas kan helium zijn, dat van buitenaf door de glaswand diffundeert, of in het glas opgelost gas van andere oorsprong. Gassen die wèl in de koeler worden vastgehouden — hetgeen dus betekent dat hun verzadigingsdampdruk bij de temperatuur van —190 °C kleiner is dan b.v. 10^{-12} mm Hg —, kunnen buiten beschouwing gelaten worden; voor deze is de pompsnelheid zeer groot.)

De buis is geschetst in *fig. 10*. Bij O is de pomp aangesloten. De pompsnelheid daarvan zij S. De straal van de buis is r, de lengte l. De x-as ligt langs de as van de buis, de oorsprong is in O. Wij voeren de berekening uit voor één gassoort. Zodra de quasi-stationaire toestand zich heeft ingesteld, wordt de druk geheel bepaald door de gasproduktie. Deze gasproduktie per tijdseenheid en per oppervlakte-eenheid noemen we q.

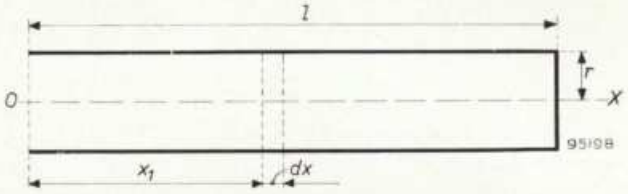


Fig. 10. Ter berekening van de druk als functie van de plaats x in een cilindrische buis met gasafgevende wanden, waarvan het ene einde gesloten is en het andere (bij O) verbonden met een pomp.

We beschouwen een ringvormig elementje van de cilinderwand gelegen op een afstand x_1 van de pomp en met een breedte dx. De gasproduktie per tijdseenheid van dit oppervlakte-elementje is $2\pi rq\,dx$. Het gas gaat gedeeltelijk naar rechts, gedeeltelijk naar links. Naar rechts vindt geen „verlies" plaats, zodat de bijdrage van het elementje tot de druk in alle punten met grotere x-waarde dezelfde is. Naar links daalt echter de bijdrage naarmate men dichter tot O nadert, en wel door de pompwerking. In de quasi-evenwichtstoestand verwijdert de pomp evenveel gas als de wand produceert, d.w.z. de bijdrage van het eerder genoemde oppervlakte-elementje tot de druk p_0 in het punt O is:

$$dp_0 = \frac{2\pi rq}{S}\,dx. \quad \ldots\ldots\ldots \quad (I)$$

Een cilindrische buis met lengte x en straal r heeft een geleidingsvermogen voor gas dat in goede benadering gegeven wordt door de formule:

$$F = \frac{1}{4}\pi r^2 v_a \frac{8r}{3x}. \quad \ldots\ldots\ldots \quad (II)$$

Hierin is v_a de gemiddelde absolute waarde van de snelheid van de moleculen. De formule geldt beter naarmate r/x kleiner is.

Stroomt de gashoeveelheid $2\pi rq\,dx$ door deze buis, dan treedt aan de uiteinden daarvan een drukverschil op dat gelijk is aan:

$$d(p - p_0) = \frac{2\pi rq}{F}\,dx = 2\pi rq\,\frac{\frac{3x}{8r}}{\frac{1}{4}\pi r^2 v_a}\,dx = 2\pi rq\,\frac{3x}{2\pi r^3 v_a}. \quad (III)$$

We zullen nu de druk trachten te vinden die heerst ter plaatse $x = x_1$, door achtereenvolgens de bijdragen te berekenen van oppervlakte-elementjes waarvoor $x < x_1$, idem waarvoor $x > x_1$ en van het eindvlak. We noemen deze resp. p_1, p_2 en p_3.

De bijdrage tot de druk ter plaatse x_1 wordt voor alle oppervlakte-elementjes waarvoor $x < x_1$, gegeven door de formule

$$dp_1 = 2\pi rq\left(\frac{1}{S} + \frac{3x}{2\pi r^3 v_a}\right)dx, \quad \ldots\ldots \quad (IV)$$

die men verkrijgt door optellen van de uitdrukkingen (I) en (III). De totale bijdrage van deze elementjes tezamen is dus:

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

$$p_1 = 2\pi rq \int_0^{x_1} \left(\frac{1}{S} + \frac{3x}{2\pi r^3 v_a}\right) dx = q\left\{\frac{2\pi}{S} r x_1 + \frac{3}{2v_a}\frac{x_1^2}{r^2}\right\}. \quad \text{(V)}$$

De bijdrage tot de druk op de plaats $x = x_1$ door elementjes waarvoor $x > x_1$, is:

$$p_2 = 2\pi rq \int_{x_1}^{l} \left(\frac{1}{S} + \frac{3x}{2\pi r^3 v_a}\right) dx = \quad [19]$$

$$q\left\{\frac{2\pi}{S} r(l - x_1) + \frac{3}{v_a}\frac{x_1(l - x_1)}{r^2}\right\}. \quad \text{(VI)}$$

De bijdrage van het eindvlak is:

$$p_3 = \pi r^2 q\left(\frac{1}{S} + \frac{3x}{2\pi r^3 v_a}\right) = q\left\{\frac{\pi r^2}{S} + \frac{3}{2v_a}\frac{x_1}{r}\right\}. \quad \text{(VII)}$$

De druk ter plaatse x_1 wordt dus:

$$p(x_1) = p_1 + p_2 + p_3 = q\left\{\frac{2\pi rl}{S} + \frac{\pi r^2}{S} + \frac{3}{2v_a}\cdot\frac{x_1}{r} + \frac{3}{v_a}\cdot\frac{lx_1}{r^2} - \frac{3}{2v_a}\frac{x_1^2}{r^2}\right\}. \quad \text{(VIII)}$$

Voor $x_1 = l$ vindt men de grootste waarde voor de druk:

$$p_l = q\left\{\frac{1}{S}(2\pi rl + \pi r^2) + \frac{3}{2v_a}\cdot\frac{l}{r}\left(1 + \frac{l}{r}\right)\right\}. \quad \text{(IX)}$$

In verband met de toegepaste benadering geldt deze formule alleen indien l enige malen zo groot is als r, en des te beter naarmate l/r groter is.

In ons geval was $l = 60$ cm en $r = 2{,}5$ cm. Wij zullen p_l nu berekenen in de veronderstelling dat wij te maken hebben met een gas met ongeveer hetzelfde molecuulgewicht als lucht. Voor lichtere gassen wordt de druk, bij dezelfde waarde van q, lager. Substitutie van de genoemde waarden voor de afmetingen en van 60 l/s voor de pompsnelheid voert tot het resultaat:

$$p_l = 3{,}9 \times 10^{-2}\, q.$$

Ter vergelijking berekenen wij de druk die zich zou instellen bij het gebruik van een ionisatiemanometer als pomp. De grootte van het gasafgevende oppervlak stellen wij op 300 cm^2. Met een pompsnelheid van 20 cm^3/s vindt men dan $p = 15\, q$, hetgeen bijna een factor 400 hoger is.

Uit formule (IX) kan worden afgeleid hoe men de afmetingen van de opstelling kan variëren zonder dat p_l verandert. Men moet zich daartoe realiseren dat S bij benadering evenredig is met het kwadraat van de diameter van de pomp. Indien men ervoor zorgt dat, bij verandering van de afmetingen, de verhouding tussen pomp- en buisdiameter dezelfde blijft, is S eveneens evenredig met r^2 en gaat formule (IX) over in een functie van l/r. In dit geval zal p_l dus niet veranderen indien men l/r maar constant houdt. Anders gezegd: p_l is bij benadering invariant voor vermenigvuldigen van de lineaire afmetingen van buis en pomp met een zelfde factor.

[19]) De integrand in deze formule verschilt slechts daarin van die in formule (V) dat in de vorm tussen haakjes x is vervangen door de constante x_1.

Samenvatting. De laagste druk die in een met een vacuümpomp verbonden ruimte kan worden bereikt, wordt bepaald door de gasafgifte van de wanden en de pompsnelheid van de pomp. Nadat het gas dat vóór het pompen de ruimte vulde, is weggepompt, stelt zich nl. een quasi-stationaire stromingstoestand in, waarbij de pomp evenveel gas wegpompt als de wanden produceren. De pompsnelheid is evenwel geen constante, maar daalt snel tot nul indien de druk nadert tot een zekere, van gas tot gas verschillende waarde (de zg. grensdruk). Gebleken is dat de grensdruk van een normale goede kwikdiffusiepomp verlaagd kon worden tot beneden 10^{-12} mm Hg. Hierbij was het drukverschil tussen pompmond en uitgang (de zg. tegendruk) niet groter dan 10^{-6} mm Hg. Men gebruikt daartoe als voorpomp een tweede diffusiepomp. Diffusiepompen hebben bovendien (ruim boven de grensdruk) een grote pompsnelheid. In een opstelling in het Philipslaboratorium te Eindhoven is een druk van minder dan 10^{-12} mm Hg bereikt met behulp van een glazen tweetrapsdiffusiepomp, die wordt voorafgegaan door een metalen diffusiepomp als voorpomp, en die is opgenomen in een opstelling waarin zich tussen pomp en recipiënt nog drie koelers bevinden. De koelers beletten het doordringen van kwikdamp in de recipiënt. De opstelling is zo gebouwd dat de recipiënt met manometer, de koelers èn de eerste trap van de glazen pomp ter ontgassing in een oven verhit kunnen worden tot 450 °C. De koelers hebben een zeer groot geleidingsvermogen en een zeer groot condensatierendement. De pompsnelheid na de laatste koeler bedraagt nog 5 tot 10 l/s. Het wandoppervlak van de te evacueren ruimte is zo klein mogelijk gehouden. De manometer is een ionisatiemanometer met centrale anode (draad 25 μ dik). Door deze constructie komt de bijdrage van het röntgeneffect tot de collectorstroom overeen met een druk van slechts 5×10^{-11} mm Hg. De anode en de collector kunnen ter ontgassing door elektronenbombardement worden verhit tot 1200 °C.

EEN TOESTEL VOOR HET ONDERZOEK VAN DE SOLDEERBAARHEID VAN DRAAD

621.315.5.001.4:621.791.3

Bij het monteren van onderdelen in elektronische toestellen worden elektrische contacten meestal verkregen door soldeerverbindingen. Vooral bij massafabricage moeten deze verbindingen snel en zeker tot stand komen. Dit is het geval als het soldeer de te verbinden metalen snel en goed bevochtigt. Om te kunnen onderzoeken welke omstandigheden deze bevochtiging — de zg. „soldeerbaarheid" — bevorderen, is het gewenst te beschikken over een objectieve beoordelingsmaat. Hiertoe doet men een soldeerproef onder gestandaardiseerde omstandigheden, die de praktijk zo goed mogelijk benaderen.

Voor een algemeen onderzoek betreffende de soldeerbaarheid maakt men veel gebruik van de zg. uitvloeiproef. Bij Philips is deze proef als volgt ingericht. Een afgemeten hoeveelheid soldeer (b.v. 0,2 g) wordt, met een geschikte hoeveelheid vloeimiddel, gebracht op een plaatje (afmetingen

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

ca. 30×30×0,3 mm) van het te solderen metaal. Men verwarmt vervolgens dit plaatje door het te laten drijven op een bad van gesmolten soldeer van constante temperatuur. Als het soldeer op het plaatje smelt, zal het, al naar de omstandigheden, een kleiner of groter gedeelte van het plaatje bevochtigen. Ca. 15 sec nadat het smelten begon, is het vloeien meestal vrijwel tot stilstand gekomen. De grootte van het na deze tijd bevochtigde oppervlak beschouwt men als maat voor de soldeerbaarheid onder de omstandigheden van de proef [1]).

De uitvloeiproef leent zich goed voor het beoordelen van de omstandigheden bij het dompelvertinnen, waarbij onderdelen door dompelen in een soldeerbad met een dun laagje soldeer moeten worden bedekt. Voor het trekken van conclusies ten aanzien van het solderen met de bout, is de uitvloeiproef echter minder geschikt. Een groot bezwaar is namelijk dat 15 sec lang is, vergeleken met de bij het boutsolderen gebruikelijke soldeertijden van ca. 2 sec. Een voorbeeld moge dit verduidelijken. Gebruikt men in plaats van een oplossing van colofonium in alcohol een actiever vloeimiddel, dat bestaat uit colofonium met 10% ureum in alcohol, dan vloeit het soldeer aanvankelijk sneller (zie de krommen *A* en *B* in *fig. 1*). Dit zeer gunstige effect komt in dit geval echter niet tot uiting in de beoordeling op grond van de uitvloeiproef. Zoals uit de figuur blijkt, wijst deze proef het zuivere colofonium aan als het beste van de twee vloeimiddelen. Nog duidelijker is de fout in de conclusie als men colofonium in alcohol vergelijkt met een nog actiever vloeimiddel, nl. hydrazine-hydrochloride in water (fig. 1, kromme *C*). Ook de invloed van een hogere soldeertemperatuur, die in het algemeen gunstig is, komt bij de uitvloeiproef veelal niet tot uiting. Dikwijls is de correlatie tussen de praktijk en de resultaten van uitvloeiproeven dan ook vrij pover. Men heeft getracht de bezwaren op te vangen door de bevochtigde oppervlakte te bepalen na kortere tijden, als het uitvloeien nog in volle gang is. Afgezien van fotografische methodes, die vrij omslachtig zijn, lijden alle tot nu toe voorgestelde methodes aan een te geringe nauwkeurigheid. Een bijkomend bezwaar van de uitvloeiproef is nog dat het bepalen van de grootte van het bevochtigde oppervlak vrij tijdrovend is. Verder is het duidelijk dat de uitvloeiproef niet geschikt is als het te solderen metaal in draadvorm aanwezig is, iets wat in het bijzonder in de elektronische industrie veel voorkomt: de in deze industrie het meest gebruikte onderdelen (weerstanden en condensatoren) bezitten namelijk draden als aansluitingen.

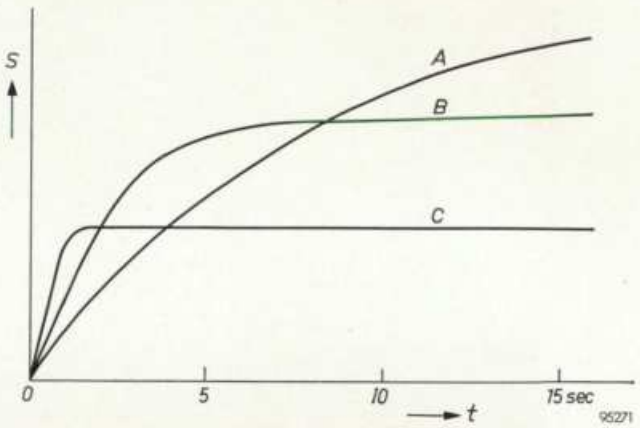


Fig. 1. De door uitvloeiend soldeer bevochtigde oppervlakte *S* van een verwarmd metalen plaatje als functie van de tijd *t* bij de zg. uitvloeiproef. De drie krommen hebben betrekking op proeven waarbij alleen het vloeimiddel verschilde, nl. colofonium in alcohol (*A*), colofonium met 10% ureum in alcohol (*B*) en hydrazine-hydrochloride in water (*C*). De na 15 sec bevochtigde oppervlakte wordt bij deze proef als maat voor de soldeerbaarheid beschouwd. Het gunstige effect van een bevochtiging die in het begin snel verloopt, komt in de beoordeling niet tot uiting.

Wij hebben — speciaal voor het keuren van draad en het onderzoek — een soldeerbaarheidsproef ontwikkeld waarbij de genoemde bezwaren zijn vermeden. Als maat voor de soldeerbaarheid geldt de tijd die een druppel soldeer nodig heeft om geheel om een draad van het te onderzoeken metaal heen te vloeien. Uit *fig. 2* blijkt het principe van de proef. In een kleine uitholling boven in een blok van verchroomd chroomnikkelstaal (het soldeerblok) brengt men een afgemeten hoeveelheid soldeer. De juiste hoeveelheid wordt verkregen door een pastille te ponsen uit een op de juiste dikte gewalste reep soldeer. Het soldeerblok wordt elektrisch verwarmd. Als het soldeer smelt, blijft het als een druppel in de uitholling liggen, want soldeer

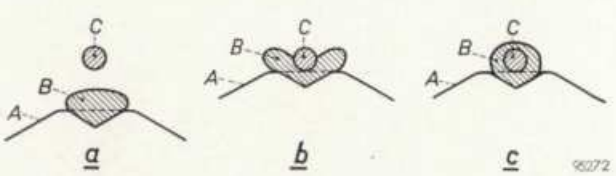


Fig. 2. Principe van de bij Philips ontwikkelde soldeerbaarheidsproef.
a) In een uitholling van het verwarmde soldeerblok *A* ligt een druppel soldeer *B*. Daarboven is de te keuren draad *C* ingeklemd.
b) Men brengt het blok omhoog; de draad splijt de druppel.
c) De druppel vloeit boven de draad ineen. De tijd die verloopt tussen de ogenblikken van splijten en ineenvloeien geldt als maat voor de soldeerbaarheid.

[1]) Zie voor andere uitvoeringen van de uitvloeiproef b.v. W. R. Lewis, Notes on soldering, uitgave van het „Tin Research Institute" te Middlesex, Engeland, 1948; en L. Pessel, Symposium on solder, Amer. Soc. Test. Mat., Special technical publication no. 189, blz. 159-174, 1956.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

bevochtigt chroom niet. Midden boven de druppel is de te onderzoeken draad ingeklemd. Deze draad is van te voren in het vloeimiddel gedompeld. Men brengt vervolgens het soldeerblok omhoog, zodat de draad de druppel soldeer in tweeën deelt. Al naar de omstandigheden zullen de beide druppelhelften sneller of minder snel langs de draad omhoog kruipen. Als zij elkaar boven de draad raken, vloeien zij met een plotselinge beweging ineen. Het moment waarop dit gebeurt, is goed waar te nemen. Met een stophorloge meet men de tijd die verloopt tussen het splijten van de druppel en het ineenvloeien boven de draad. Hoe korter deze „soldeertijd", des te beter de soldeerbaarheid. De correlatie met de praktijk is zeer goed.

De temperatuur van de druppel wordt gemeten met een kwikthermometer, die in een gat in het soldeerblok is aangebracht. Door middel van zouten met bekende smelttemperaturen, die in plaats van het soldeer op het soldeerblok waren gelegd, is de correctie bepaald die op de aflezing van de thermometer moet worden aangebracht. *Fig. 3* is een foto van het gebruikte toestel; in *fig. 4a* en *b* ziet men de druppel soldeer vlak voor en vlak na het ogenblik dat hij om de draad heen vloeit. Uit *fig. 5* blijkt de constructie van het toestel.

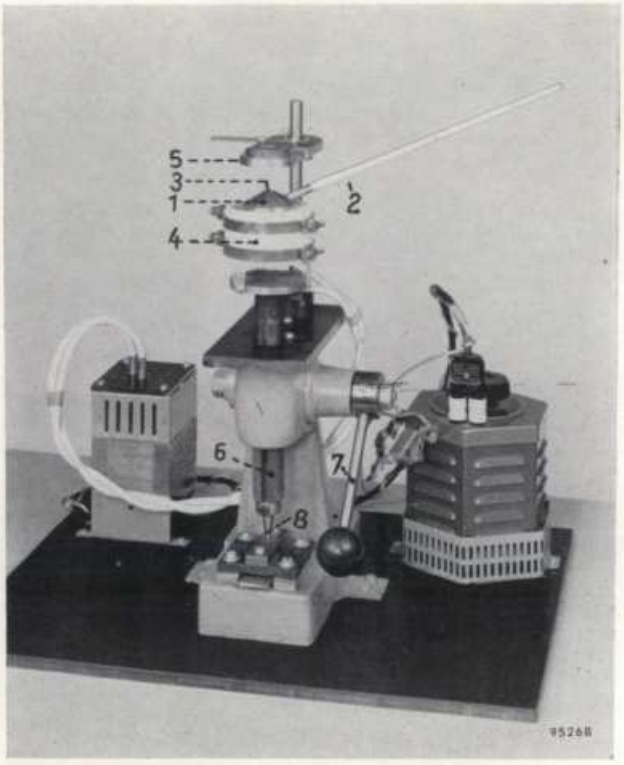
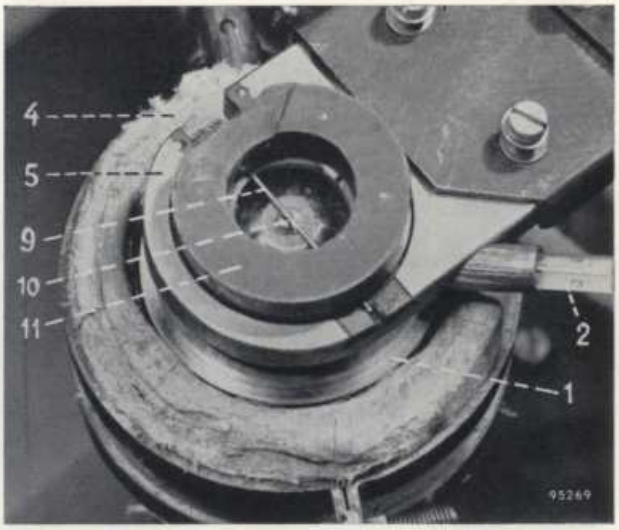
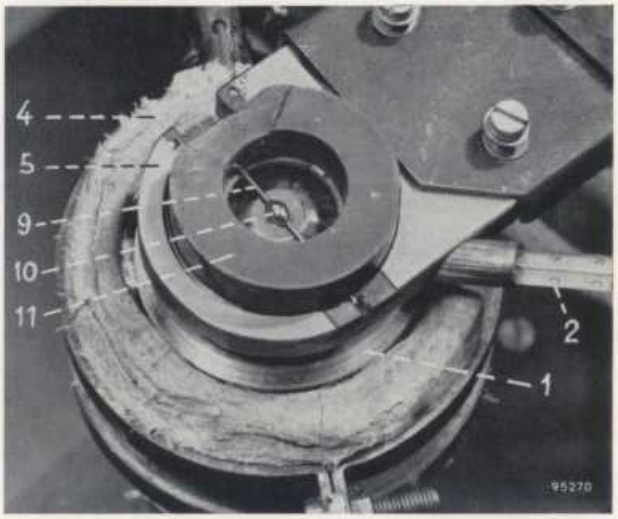


Fig. 3. Het toestel voor het keuren van draad op soldeerbaarheid. *1* soldeerblok, *2* thermometer, *3* uitholling voor de druppel soldeer, *4* verwarmingsmantel, *5* draadhouder, *6* tandheugel, *7* hefboom waarmee men het soldeerblok omhoog brengt, *8* stempel voor het uitponsen van de soldeerpastilles.



a



b

Fig. 4. Detailopname van een druppel soldeer die gespleten is door de te keuren draad (*a*), en van een druppel die om de draad heen is gevloeid (*b*). *9* te keuren draad, *10* druppel soldeer, *11* magneet van ferroxdure die dient om de draad vast te klemmen. Betekenis van de overige cijfers als in fig. 3.

Om resultaten van proeven die gedaan zijn met verschillende toestellen, met elkaar te kunnen vergelijken, moet men ervoor zorgen dat deze toestellen op bepaalde essentiële punten nauwkeurig aan elkaar gelijk zijn. Dit geldt b.v. voor de afmetingen van de uitholling voor de druppel soldeer, want zij bepalen de hoogte van de druppel, en een hogere druppel vloeit sneller om de draad (*fig. 6a*). De afmetingen van de uitholling zijn in fig. 5 gegeven. De verdere afmetingen van het soldeerblok en het materiaal waarvan dit is vervaardigd, hebben invloed op de warmtetoevoer naar de druppel, terwijl de lengte van het draadje en de wijze waarop dit is ingeklemd, van belang zijn voor de warmteafvoer. Ook hierin

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

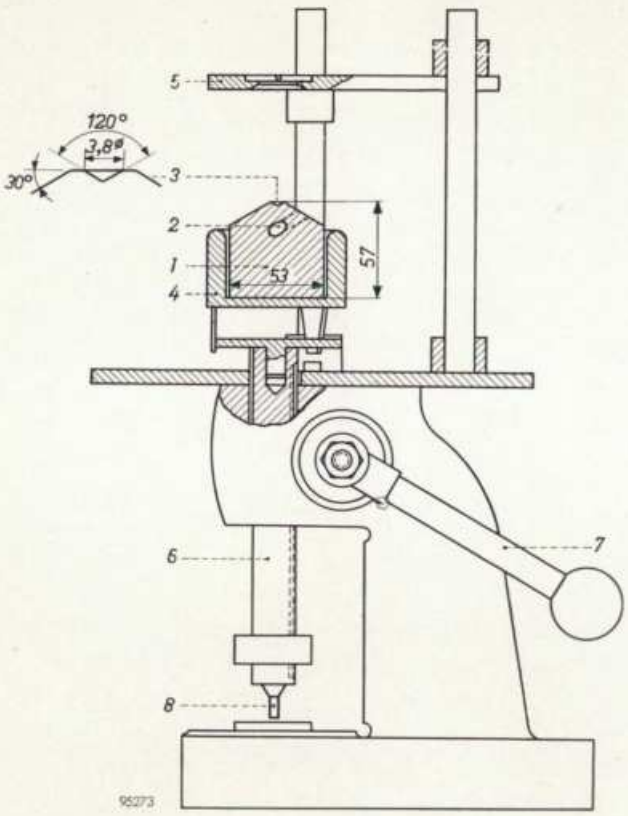


Fig. 5. Schematische constructie van het toestel uit fig. 3. 2 is het gat voor de thermometer; de overige cijfers hebben dezelfde betekenis als in fig. 3. De afmetingen van de holte 3 voor de druppel zijn in de detailschets bijgeschreven.

mogen daarom tussen verschillende toestellen geen grote verschillen bestaan.

Met de beschreven soldeerbaarheidsproef is een onderzoek ingesteld naar de invloed van verschillende factoren op het soldeerproces. Deze factoren zijn in hoofdzaak:

1) samenstelling en hoeveelheid van het soldeer;
2) samenstelling en hoeveelheid van het vloeimiddel;
3) samenstelling en oppervlakgesteldheid van het te solderen metaal;
4) temperatuur.

Aanleiding tot het onderzoek was vooral het zg. dompelsolderen, dat bij gedrukte bedradingen wordt toegepast [2]). Hierbij worden alle verbindingen tussen de te monteren onderdelen en de gedrukte bedrading tegelijk gesoldeerd door de verbindingsplaatsen in een bad van gesmolten soldeer te dompelen. Indien de bevestigingsdraden van deze onderdelen plekken vertonen die slecht te solderen zijn, kan men, bij het boutsolderen, zonder veel bezwaar de soldeertemperatuur zo hoog kiezen of een zo actief vloeimiddel gebruiken dat ook deze plekken goed gesoldeerd worden. Bij het dompelsolderen van gedrukte bedradingen zijn de bezwaren veel groter: de drager is veelal niet bestand tegen een hoge temperatuur (loslaten van de gedrukte bedrading) en er is een grote kans dat een zeer actief vloeimiddel kruipwegen voor lekstromen doet ontstaan. Dit heeft geleid tot verscherpte eisen voor de soldeerbaarheid.

Uitgaande van zekere vastgelegde omstandigheden, werd bij het onderzoek telkens één dezer omstandigheden gevarieerd. De vastgelegde omstandigheden waren zo gekozen dat zij een soldeertijd opleverden die niet zo kort was dat de invloed van gunstige factoren nauwelijks meer merkbaar zou zijn. Zij waren:

Soldeer: 60% tin, 40% lood; hoeveelheid 190 mg (22,4 mm³).

---

[2]) Zie b.v. R. van Beek en W. W. Boelens, Gedrukte bedrading in radiotoestellen, Philips techn. T. **20**, 71-79, 1958 (no. 3).

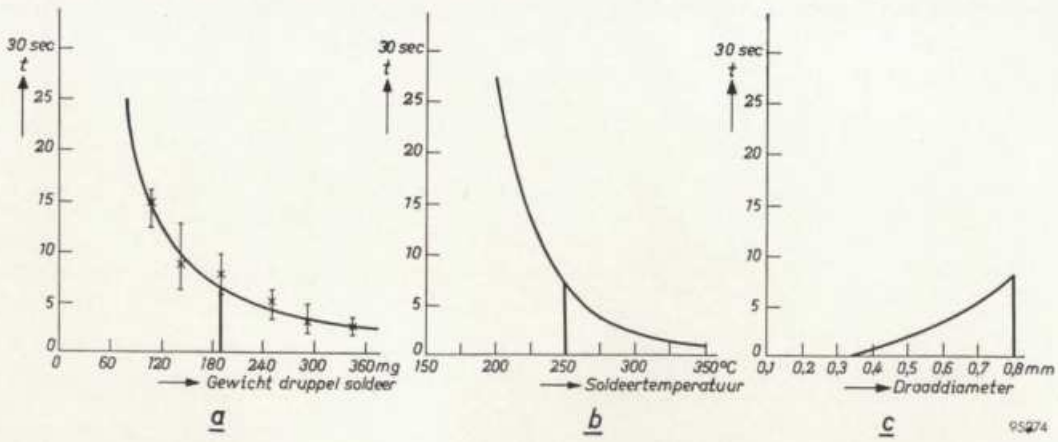


Fig. 6. Invloed van (*a*) de hoeveelheid soldeer, (*b*) de temperatuur en (*c*) de diameter van de te solderen draad op de soldeerbaarheid. Verticaal is de soldeertijd *t* uitgezet. In (*a*) zijn de meetpunten ingetekend (gemiddelden van 10 proeven voor elk punt) en is de spreiding aangegeven.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Vloeimiddel: 40 gewichtsdelen colofonium en 60 gewichtsdelen alcohol, door middel van dompelen op de draad aangebracht.

Draad: koperdraad met een diameter van 0,8 mm; ontvet met trichloorethyleen en aceton.

Temperatuur: 250 °C.

De soldeertijd wordt dan gemiddeld ca. 7 sec.

Zeer gunstige omstandigheden bleken tijden korter dan 1 sec te geven. De invloed van variaties in de hoeveelheid soldeer, de temperatuur en de draaddiameter blijkt resp. uit de figuren 6*a*, *b* en *c*. De spreiding is vrij groot, maar de gemiddelden van 10 proeven voor elk meetpunt liggen redelijk goed op de getekende krommen. Daar een meting weinig tijd kost, kan men zonder bezwaar voor ieder meetpunt een groot aantal waarnemingen doen.

Een kleine wijziging in de samenstelling van het soldeer kan de soldeertijd sterk veranderen. Toevoeging van 1% cadmium of zink verlengt de soldeertijd tot meer dan 30 sec. Toevoeging van 1% zilver heeft daarentegen een geringe gunstige invloed. Met soldeer dat uit zuiver tin bestaat, is de soldeertijd langer dan 30 sec.

De proeven omtrent de invloed van de samenstelling van het soldeer zijn herhaald bij een soldeertemperatuur van 300 °C. De soldeertijden zijn dan vrij kort en de verschillen zijn minder belangrijk. Bij gedrukte bedradingen moet echter bij lage temperatuur gesoldeerd worden en dan is de samenstelling van het soldeer van belang.

Wat de samenstelling van het vloeimiddel betreft, bleek dat de concentratie van de colofoniumoplossing op zijn minst ca. 25% moet bedragen als men dit wil aanbrengen door de draad erin te dompelen. Bij colofoniumconcentraties van 20% komen veel soldeertijden boven 30 sec voor. Verhoging van de concentratie van 25% tot 40% levert vrijwel geen verbetering meer op. Toevoeging van ureum in een hoeveelheid gelijk aan 10% van de gewichtshoeveelheid colofonium reduceert de soldeertijden tot minder dan 1 sec. Dezelfde korte soldeertijden krijgt men met oplossingen van de mono- of dihydrochlorides en -hydrobromides van hydrazine in water. Als gevolg van hun snelle ontleding treedt bij deze vier stoffen een grensconcentratie op waar men niet beneden mag komen. Bij de grensconcentratie, die voor de eerste drie dezer stoffen ligt bij ca. 3% en voor de vierde bij ca. 2,5%, vindt men zowel tijden korter dan 0,1 sec als langer dan 30 sec. Zinkchloride ten slotte geeft het beste resultaat als ca. 10%-ige oplossing in water: de gemiddelde soldeertijd bedraagt dan 1,2 sec.

Van zeer veel invloed is de samenstelling van het te solderen metaal en de oppervlakgesteldheid hiervan. Dunne laagjes van bepaalde metalen, die galvanisch of thermisch (d.w.z. door dompelen) op koperdraad zijn aangebracht, kunnen de soldeerbaarheid van dit draad zeer verbeteren. Door inwerking van vocht en vooral door verhoging van de temperatuur (b.v. 2 uur op 190 °C, zoals soms gebeurt bij het moffelen van gelakte onderdelen) kan echter de soldeerbaarheid zeer veel slechter worden. Gunstig gedragen zich, in beide opzichten, thermisch aangebrachte tin-loodlagen (50% Sn, 50% Pb) en galvanisch aangebrachte tin-zinklagen (80% Sn, 20% Zn). Bij thermisch aangebrachte lagen is de spreiding na temperatuur- en vochtproeven vaak groter dan bij galvanisch aangebrachte lagen.

Er dient nog vermeld te worden dat bij het beschreven onderzoek gebruik werd gemaakt van een soldeerblok van aluminium. Voor routinemetingen is later, wegens de grotere slijtvastheid, overgegaan op het reeds genoemde verchroomde chroomnikkelstaal.

J. A. ten DUIS.

RECTIFICATIES

In het artikel „Een eenvoudig toestel voor contactmicroradiografie tussen 1,5 en 5 kV" (Philips techn. T. **19**, 1957, no. 6) leze men op blz. 192 in de rechter kolom, derde regel: „4 micron" in plaats van „1 micron", en twee regels verder: „5×" in plaats van „100×".

In het artikel „Een experimentele pyrometer met fototransistor voor onderzoek aan radiobuizen" (Philips techn. T. **20**, 1958, no. 3) leze men op blz. 83 in het gedeelte in kleine letters 8 regels van onderen: „0,22" in plaats van „0,267 ± 0,005". Verder kan in de hieraan voorafgaande zin „Uit de horizontale afstand der rechten kan men met behulp van formule (1)" beter vervangen worden door: „Uit de verticale afstand der rechten kan men".

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

DE LEVENSDUUR VAN VOORSCHAKELAPPARATEN VOOR GASONTLADINGSLAMPEN

II. CONDENSATOREN

door Th. HEHENKAMP. 621.319.4:621.327.4

Het gebruik van condensatoren in de sterkstroomtechniek heeft een enorme vlucht genomen met de verbreiding van de verlichting met gasontladingslampen, in welker voorschakelapparaten condensatoren o.a. ten doel hebben de arbeidsfactor te verbeteren. Het fabriceren van dit soort condensatoren met lange levensduur en tegen lage prijs is dan ook van groot economisch belang geworden. Het probleem van de levensduur en van geschikte beproevingsmethodes is ingewikkelder dan bij transformatoren en smoorspoelen voor voorschakelapparaten. Het is echter zo ver opgelost dat wantrouwen jegens condensatoren die volgens de tegenwoordige inzichten zijn gefabriceerd, niet meer gerechtvaardigd is.

In vele voorschakelapparaten voor gasontladingslampen worden condensatoren gebruikt, in hoofdzaak ter verbetering van de arbeidsfactor. Deze condensatoren zijn van het type met een diëlectricum van geïmpregneerd papier en een hermetisch gesloten doos. Als impregneringsmiddel dient hetzij een minerale olie (of vaseline), hetzij een synthetische olie van het type chloordifenyl.

De levensduur van deze condensatoren is van even groot belang als de levensduur van de transformatoren of smoorspoelen, die in deel I van dit artikel is behandeld [1]). Voor de laatstgenoemde levensduur is de temperatuur van het isolatiemateriaal de bepalende grootheid. De levensduur van condensatoren echter vormt een aanzienlijk ingewikkelder probleem, doordat hier niet alleen de temperatuur, maar ook de veldsterkte invloed heeft. De veldsterkte is belangrijk groter dan die welke bij transformatoren gebruikelijk is, en kan 100 tot 200 kV/cm (10 tot 20 V/μ) bedragen [2]). De reden voor het toepassen van zulke grote veldsterkten is dat het volume van een condensator ongeveer omgekeerd evenredig met het kwadraat van de veldsterkte is, zodat opvoeren van de veldsterkte leidt tot aanzienlijk kleinere afmetingen en lagere prijs. Bij deze sterke velden echter kan in holten van het diëlectricum gemakkelijk ionisatie optreden. Deze tast het diëlectricum aan en leidt doorslag in.

De invloed van de temperatuur op de levensduur van het diëlectricum in een condensator is vergelijkbaar met die welke bij transformatoren wordt geconstateerd (zie deel I). Weliswaar is de temperatuurstijging die optreedt als gevolg van de diëlektrische verliezen, niet groot, maar daartegenover staat dat de condensatoren dikwijls worden gebruikt bij een hoge omgevingstemperatuur (als gevolg van de nabijheid van warme transformatoren en lampen), en dat ze veel minder hoge temperaturen verdragen dan transformatoren. Eén van de oorzaken van dit laatste verschijnsel is dat de diëlektrische verliezen sterk met de temperatuur toenemen, waardoor de condensator in een toestand van thermische instabiliteit kan komen [3]).

Thermische stabiliteit

Als men het verlies P_1 in een condensator bepaalt bij constante veldsterkte en verschillende temperaturen van het diëlectricum, vindt men een kromme die in het gebied van de hogere temperaturen sterk oploopt (*1* in *fig. 1*). De warmteafgifte P_2 aan de omgeving is vrijwel evenredig met de gemiddelde temperatuurstijging ΔT van het diëlectricum boven de omgevingstemperatuur:

$$P_2 = K\,\Delta T.$$

De evenredigheidsconstante K hangt af van die constructiedetails welke de warmteafgifte beïnvloeden (zoals oppervlakte en inwendige warmteweerstand) en van de uitwendige koelingscondities. De inwendige warmteweerstand veroorzaakt een temperatuurverval in het diëlectricum, zodat midden in de condensator de temperatuur hoger zal zijn

[1]) Th. Hehenkamp, De levensduur van voorschakelapparaten voor gasontladingslampen, I. Transformatoren en smoorspoelen, Philips techn. T. **20**, 18-28, 1958 (no. 1).

[2]) Met numerieke waarden van veldsterkten en spanningen worden in dit artikel steeds de effectieve waarden bedoeld.

[3]) J. Coquillion, Condensateurs au papier imprégné de pyralène pour le courant alternatif, Electricité **40**, 237-243, 1956.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

dan aan de wanden. Bij condensatoren van voorschakelapparaten is dit temperatuurverval echter niet groot, zodat het voor een globale beschouwing kan worden verwaarloosd.

Wordt de condensator continu belast bij een omgevingstemperatuur T_0, dan kan men de temperatuur die het diëlectricum in de evenwichtstoestand zal aannemen, bij benadering bepalen als volgt. In fig. 1 is door het punt T_0 op de abscisas een rechte lijn 2 getrokken, die met deze as een hoek α maakt, zodanig dat

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{P_2}{\Delta T} = K.$$

In het algemeen snijdt deze lijn de verlieskromme *1* in twee punten. Zoals eenvoudig is in te zien, stelt het rechter snijpunt een labiele, het linker een stabiele evenwichtstoestand voor. De temperatuur van het diëlectricum zal zich dus instellen op de waarde T_d, die bij het linker snijpunt behoort.

Verhoogt men de omgevingstemperatuur, dan verschuift de rechte lijn evenwijdig naar rechts. De twee snijpunten naderen elkaar en vallen ten slotte samen tot een raakpunt. In die toestand geldt:

$$\frac{dP_1}{dT} = K.$$

Dit is de stabiliteitsgrens, en deze wordt bereikt bij de omgevingstemperatuur T_s. Bij een hogere omgevingstemperatuur is geen thermisch evenwicht meer mogelijk, de condensator blijft dan in temperatuur toenemen totdat hij doorslaat. Dit laatste gebeurt altijd op (of dicht bij) de warmste plaats van het diëlectricum, dus in het centrum van de condensator. Schakelt men de condensator enkele ogenblikken voordat hij doorslaat, uit, dan is bij afwikkelen de plaats waar de doorslag zou zijn opgetreden, terug te vinden als een door oververhitting donker gekleurde plek in het papier (*fig. 2*).

Fig. 2. Twee stroken papier uit een wikkel van een condensator die werd uitgeschakeld even voordat thermische instabiliteit doorslag zou hebben veroorzaakt. Links een strook uit de buitenste (koudste) lagen, rechts een uit de binnenste (warmste) lagen. De rechterstrook is door oververhitting bruin verkleurd.

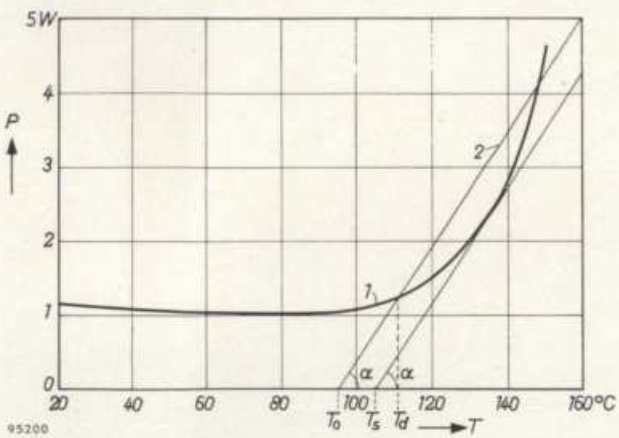


Fig. 1. Kromme *1*: verlies P_1 in een condensator van 3,8 μF, in afhankelijkheid van de temperatuur T van het diëlectricum, bij constante veldsterkte (22 V/μ) [2]) en constante frequentie (50 Hz). Diëlectricum: drie lagen papier van 8 μ, geïmpregneerd met pentachloordifenyl.

Grafische constructie voor het vinden van de evenwichtstemperatuur T_d van het diëlectricum bij een omgevingstemperatuur T_0: trek door het punt T_0 op de abscisas een rechte lijn *2* onder een hoek α = arc tg K; de abscis van het linker snijpunt van *2* en *1* is T_d. De hoogste omgevingstemperatuur waarbij nog een stabiele toestand kan bestaan, is de abscis T_s van het punt waarin de met *2* evenwijdig lopende raaklijn aan *1* de T-as snijdt.

Wordt een exemplaar van hetzelfde type condensator belast met een andere veldsterkte, dan krijgt men in fig. 1 een andere verlieskromme *1*, en dus verandert de kritische omgevingstemperatuur T_s. Verkleint men b.v. de veldsterkte, dan nemen de verliezen af; dit betekent volgens fig. 1 een hogere waarde van T_s. Door de constructie als die in fig. 1 uit te voeren voor verschillende veldsterkten, vindt men het verband tussen de veldsterkte en T_s. *Fig. 3* geeft het resultaat. Gewoonlijk vindt men voor het verband tussen veldsterkte en T_s een rechte of flauw gebogen lijn.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

In fig. 3 is het gebied rechts van de lijn ongeschikt voor toepassing; belasting van een condensator in dit gebied leidt snel tot doorslag. Links van de lijn is stabiliteit verzekerd, althans zolang door veroudering van het diëlectricum de verliezen niet te veel zijn toegenomen.

Behalve door grafische constructie is de grens van de thermische stabiliteit te bepalen door meting. Hiertoe plaatst men de condensator — belast met de gewenste veldsterkte — in een oven waarvan de temperatuur iets lager is dan de waarde van T_s die volgens schatting bij de gekozen veldsterkte behoort. Nadat de evenwichtstoestand is bereikt, verhoogt men de temperatuur van de oven met kleine stapjes, en wacht na elk stapje tot er opnieuw evenwicht is ontstaan. Treedt er geen evenwicht meer op, dan is de temperatuur van de oven vrijwel gelijk aan T_s en zal de condensator spoedig bezwijken.

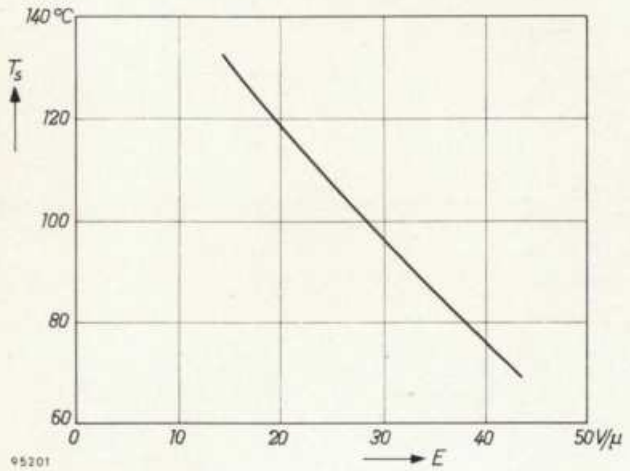


Fig. 3. De omgevingstemperatuur T_s waarbij de grens van de stabiliteit is bereikt, als functie van de veldsterkte E. De waarden van T_s zijn grafisch bepaald volgens fig. 1, voor condensatoren waarvan *1* in fig. 1 de verlieskromme is.

Levensduur bij hoge temperaturen

Belast men een condensator met een bepaalde veldsterkte E bij een omgevingstemperatuur T_0 die slechts weinig lager is dan de bij E behorende waarde van T_s, dan ligt het voor de hand dat men een korte levensduur moet verwachten. Immers, zodra het diëlectricum onder invloed van de elektrische en de thermische belasting iets in kwaliteit achteruitgaat, zal de condensator door de toenemende verliezen reeds bij een lagere omgevingstemperatuur instabiel worden dan in de begintoestand het geval was (*fig. 4*). Het verschil $T_s - T_0$ (fig. 1) is volgens deze redenering een maat voor de reserve die in de condensator aanwezig is. Deze reserve en de snelheid waarmee ze tot nul afneemt (de snelheid van verouderen), bepalen de levensduur. Binnen een beperkt temperatuurgebied is dit inderdaad het geval, zoals blijkt uit levensduurproeven bij hoge omgevingstemperaturen.

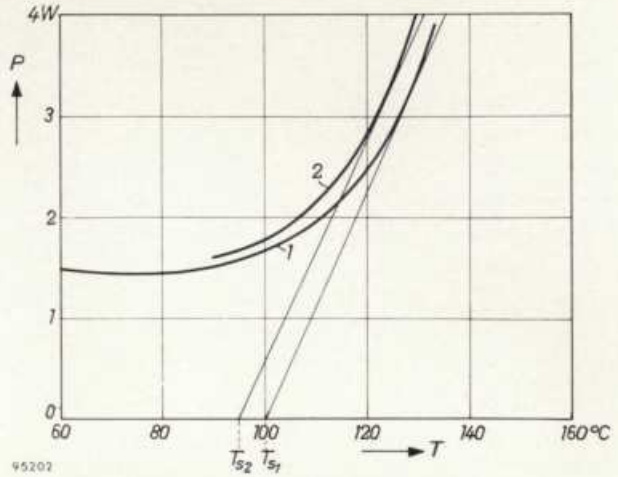


Fig. 4. Verlieskromme van een condensator van 3,8 μF met een veldsterkte van 25 V/μ en een frequentie van 50 Hz, in de begintoestand (kromme *1*) en na 250 uur belast te zijn geweest met 25 V/μ bij 90 °C (kromme *2*). Door veroudering van het diëlectricum is de stabiliteitsgrens verminderd van $T_{s1} = 100$ °C tot $T_{s2} = 95$ °C.

Een voorbeeld hiervan geeft *fig. 5*. Hierin zijn de resultaten verwerkt van levensduurproeven met condensatoren van 4 μF en een diëlectricum van 30 μ papier. De levensduur blijkt bij verlaging van de omgevingstemperatuur zeer snel toe te nemen. Dit wekt de verwachting dat bij $T_0 =$ b.v. 40 °C de levensduur enorm lang zal zijn. Zulk een extrapolatie is echter zeer gevaarlijk, want de genoemde verwachting komt lang niet altijd uit. Oorzaak hiervan is het toenemen van de mate van ionisatie bij lagere temperaturen, zoals hieronder zal worden besproken.

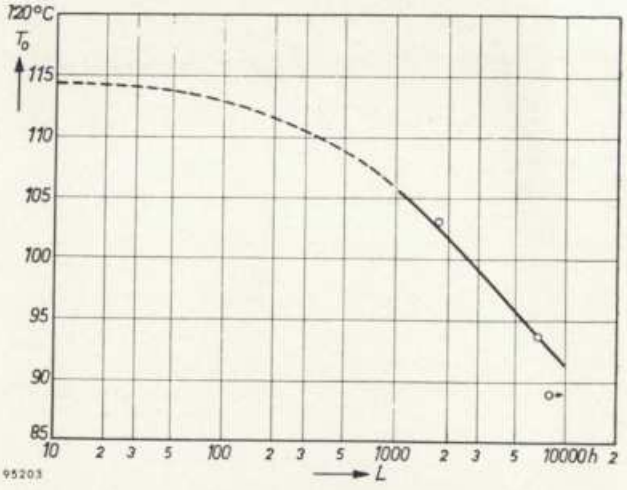


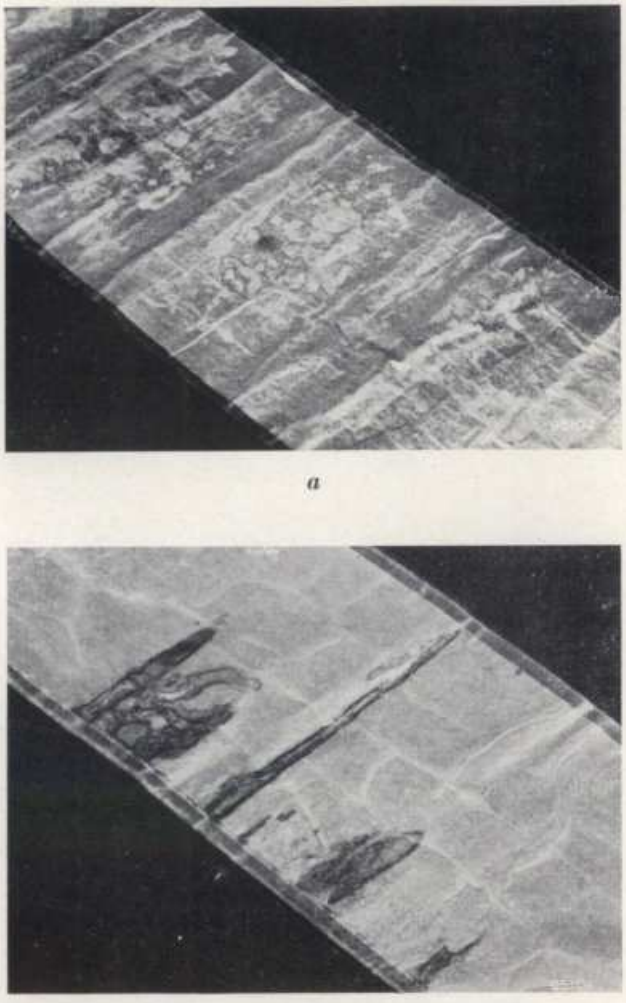
Fig. 5. Omgevingstemperatuur T_0 waarbij condensatoren met een diëlectricum van drie lagen papier van 10 μ, geïmpregneerd met vaseline, bij een veldsterkte $E = 17{,}5$ V/μ een levensduur L bereiken. De stabiliteitsgrens T_s voor $E = 17{,}5$ V/μ ligt bij 114 °C. Bij deze omgevingstemperatuur is de levensduur slechts enkele uren. De meting bij 89 °C was na 8000 uur nog niet afgelopen.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

Ionisatie in het diëlectricum; levensduur bij lage temperaturen

Als er zich in het diëlectricum een gasbel bevindt, concentreert zich hierover een onevenredig groot deel van de spanning; de diëlektrische constante van het gas is namelijk slechts $\frac{1}{4}$ tot $\frac{1}{6}$ van die van het geïmpregneerde papier. Daar de veldsterkte in het papier toch al groot is, kan die in het gas gemakkelijk een waarde bereiken waarbij ionisatie



a

b

Fig. 6. Hoe de ionisatie een diëlectricum aantast dat geïmpregneerd is met (*a*) pentachloordifenyl, (*b*) vaseline. Bij (*b*) is in één van de aangetaste gebieden doorslag opgetreden.

optreedt (corona) [4]). Hierdoor wordt het diëlectricum dat aan de gasbel grenst, aangetast (*fig. 6a* en *b*). Dit heeft tot gevolg dat de verliezen toenemen (*fig. 7*) en de doorslagspanning afneemt [5]).

In het sterk vereenvoudigde geval van een homogeen veld — gasbel met platte begrenzingsvlakken

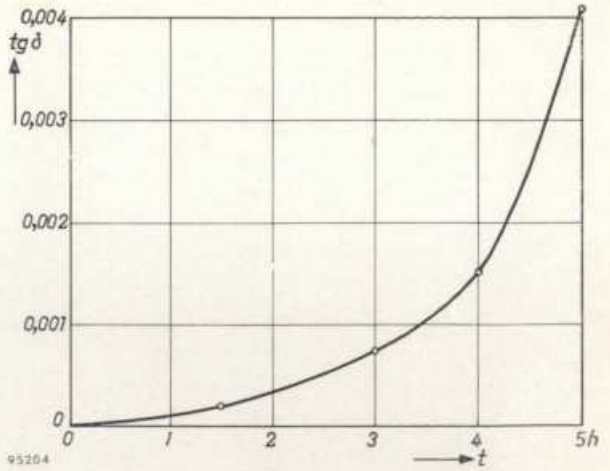


Fig. 7. Verliesfactor tg δ, gemeten nadat het diëlectricum een tijd t was belast geweest met 42 V/μ bij kamertemperatuur (condensatoren van 3,8 μF met drie lagen papier van 8 μ, geïmpregneerd met pentachloordifenyl). Om de temperatuurstijging van het diëlectricum gering te houden, werden de condensatoren niet langer dan een half uur achtereen belast en daarna afgekoeld. De meting van tg δ geschiedde bij een diëlectricumtemperatuur van 120 °C, terwille van een duidelijker indicatie.

loodrecht op het elektrische veld, en met een dikte die klein is in verhouding tot de andere afmetingen — is de veldsterkte waarbij ionisatie begint op te treden, te bepalen met behulp van de kromme van Paschen, die voor lucht is afgebeeld in *fig. 8*. In werkelijkheid zijn de omstandigheden natuurlijk veel ingewikkelder: door het grillige samenstel van de papiervezels en de aanwezigheid van het impregneermiddel zal de veldsterkte van plaats tot plaats zeer verschillend zijn. Men mag dus niet meer dan een globale overeenstemming met het geval van een homogeen veld verwachten.

Daarom moet de spanning waarbij ionisatie begint op te treden, in ieder afzonderlijk geval worden gemeten. Ionisatie gaat gepaard met kleine onregelmatigheden in de stroom door de condensator. Men kan de aanwezigheid van ionisatie dus aantonen met behulp van een meettoestel dat deze on-

Fig. 8. Kromme van Paschen voor lucht: doorslagspanning V_d van lucht in een homogeen elektrisch veld, als functie van het produkt pd van de luchtdruk p (in mm Hg) en de afstand d (in mm) tussen de elektrodes.

[4]) C. de Lange, Drukcondensatoren, Philips techn. T. **4**, 266-272, 1939.

[5]) T. W. Liao, Corona and its effects on insulation, Insulation, maart 1957, blz. 18-21.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

regelmatigheden versterkt en op een katodestraaloscillograaf zichtbaar maakt [6]). Een hiervoor geschikte schakeling is weergegeven in *fig. 9*. De te onderzoeken condensator C_x wordt met een andere,

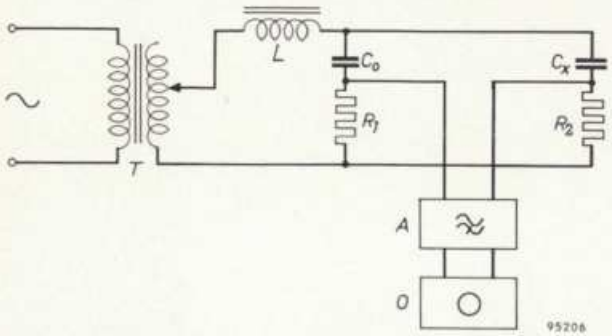


Fig. 9. Schakeling voor het bepalen van de mate van ionisatie in het diëlectricum van een condensator. De te onderzoeken condensator C_x, een zeer goede en laag belaste condensator C_0 en de weerstanden R_1 en R_2 vormen een brugschakeling. Deze wordt gevoed uit de op het net aangesloten transformator T, via de smoorspoel L. De versterker A laat alleen de componenten met frequenties boven ca. 8000 Hz door. O katodestraaloscillograaf.

zeer goede en laag belaste, condensator C_0 en twee weerstanden opgenomen in een brugschakeling. De ene diagonaal wordt gevoed met een regelbare wisselspanning, in serie met een smoorspoel L. Deze laatste begrenst de stroom in het geval dat C_x tijdens de meting doorslaat. Door de brug vrijwel in evenwicht te brengen, maakt men de spanning over de andere diagonaal, voor zover het de grondgolf en eventuele harmonischen betreft, zeer klein. Behalve deze kleine restspanning is er nog een onregelmatige spanning indien er ionisatie in de condensator is opgetreden. De totale uitgangsspanning van de brug wordt versterkt en daarbij ontdaan van componenten met frequenties beneden ca. 8000 Hz. Het resultaat wordt zichtbaar gemaakt op een oscillograaf.

Enige voorbeelden van hetgeen men dan te zien krijgt, zijn weergegeven in *fig. 10*. Deze oscillogrammen zijn opgenomen aan niet-geïmpregneerde condensatoren. Het diëlectricum bestond uit drie lagen papier van 8 μ. Na het drogen en ontgassen werden de condensatoren gevuld met lucht van 1 atm, in plaats van met olie, en de dozen warm dichtgesoldeerd. Na afkoeling tot kamertemperatuur was de inwendige druk ongeveer 500 mm Hg. Doordat het niet geïmpregneerde diëlectricum talloze holten tussen de papiervezels bevat, zijn dergelijke condensatoren zeer geschikt als men ionisatie duidelijk wil aantonen.

[6]) R. J. Hopkins, T. R. Walter en M. E. Scoville, Development of corona measurements and their relation to the dielectric strength of capacitors, Trans. Amer. Inst. Electr. Engrs. **70-II**, 1643-1651, 1951.

Door zulk een condensator, nadat men een opening in de omhullende doos heeft gemaakt, onder de klok van een hoogvacuümpomp te plaatsen, kan men de spanning waarbij ionisatie begint op te treden, bepalen bij verschillende drukken van de lucht. Het resultaat geeft *fig. 11*, kromme *1*. Het gevonden verloop vertoont een minimum, evenals de kromme van Paschen (fig. 8); de getalwaarden wijken echter sterk af van die welke men vindt bij een opstelling met vlakke elektrodes met uitsluitend lucht ertussen. Door de condensator op een goede wijze te impregneren, kan men de ionisatie bij een hogere spanning doen beginnen dan in een niet-geïmpregneerde condensator. Een slechte impregnering daarentegen kan ionisatie bij een lagere spanning tot gevolg hebben, zelfs al bij ongeveer 200 V (fig. 11, kromme *2*).

In de praktijk impregneert men de condensatoren bij een hoge temperatuur, en het sluiten van de doos gebeurt bij ca. 80 °C. Bij het afkoelen tot kamertemperatuur neemt door het krimpen van de impregneervloeistof de druk in de doos af. Hoeveel de druk afneemt, hangt af van het temperatuurver-

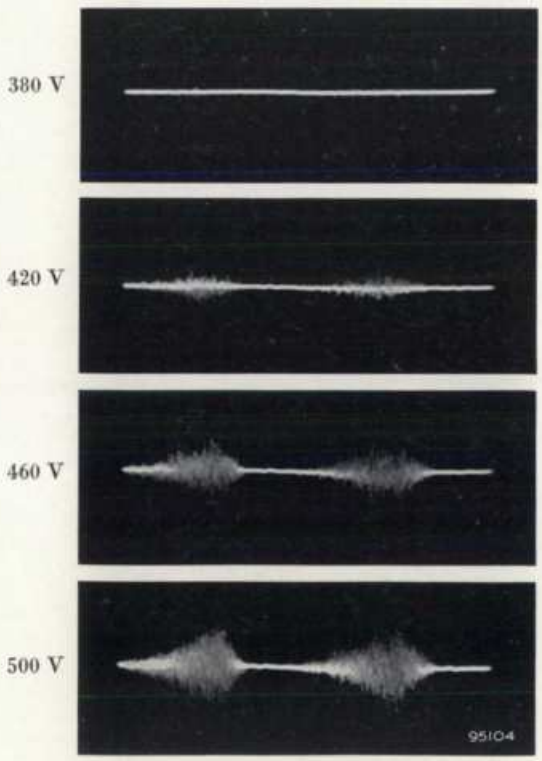


Fig. 10. Oscillogrammen, verkregen met de opstelling volgens fig. 9. Bij 380 V over C_x treden de eerste kleine ionisatiepiekjes op. Naarmate men de spanning hoger maakt, nemen de amplitude en het aantal van de piekjes snel toe.

De breedte van de oscillogrammen komt overeen met $^1/_{50}$ sec. De onderzochte condensator had een capaciteit van ca. 2,5 μF en een niet geïmpregneerd diëlectricum van drie lagen papier van 8 μ.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

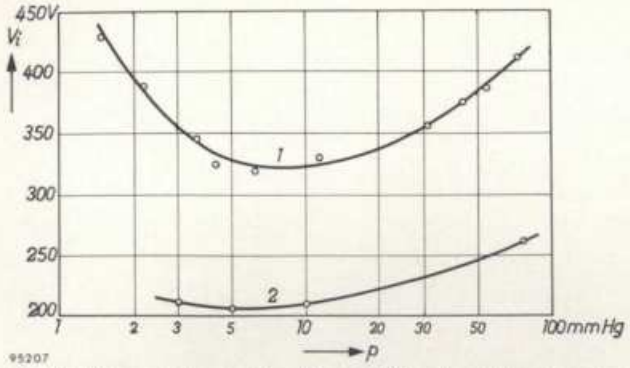


Fig. 11. Kromme *1*: spanning V_i waarbij in de condensator van fig. 10 ionisatie begint op te treden, in afhankelijkheid van de luchtdruk p in de condensator. Nadat de condensator was geïmpregneerd met een minerale olie (waarbij opzettelijk zeer slecht werd geïmpregneerd), werd kromme *2* gemeten.

schil en van constructiedetails, zoals de mate van vulling en de stijfheid van de doos. Dit verklaart het onverwachte feit (vgl. fig. 5) dat condensatoren die bij 80 °C en hoger een goede levensduur hebben, bij lage temperatuur dikwijls zeer kort leven: de lagere druk die bij lage temperatuur ontstaat, bevordert de vorming van holten in het diëlectricum, die met gas van deze lage druk zijn gevuld. Ionisatie treedt dan in veel sterkere mate op dan bij hogere temperatuur, met schadelijk gevolg voor de levensduur [7]).

Een voorbeeld geeft *fig. 12*. Hierin zijn verwerkt de resultaten van levensduurproeven met condensatoren van hetzelfde type als gebruikt voor de proeven van fig. 5. Deze condensatoren, die een tamelijk sterke ionisatie vertonen, werden beproefd bij kamertemperatuur en met verschillende veldsterkten. De gevonden levensduren blijken omgekeerd evenredig te zijn met de veldsterkte tot de tiende macht. Pas bij veldsterkten kleiner dan ca. 7 V/μ is een afbuigen van de lijn naar langere levensduren te verwachten, omdat bij deze veldsterkten geen ionisatie meer geconstateerd kon worden.

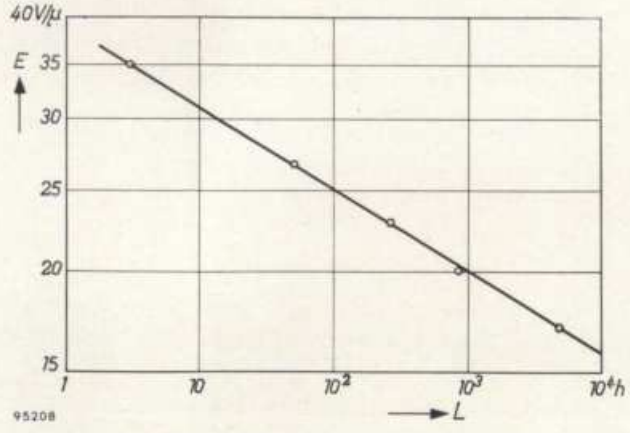


Fig. 12. Veldsterkte E waarbij condensatoren (zelfde type als in fig. 5) een levensduur L bereiken, bij ca. 25 °C omgevingstemperatuur. Elk meetpunt is bepaald als het gemiddelde van ten minste 20 exemplaren.

Volgens fig. 5 was te verwachten dat bij 17,5 V/μ en kamertemperatuur de levensduur ver boven 10^5 uur (12 jaar) zou moeten liggen. Uit fig. 12 echter blijkt dat de levensduur, als gevolg van de ionisatie, slechts 4400 uur bedraagt.

Proeven bij wisselende temperatuur

De condensatoren van voorschakelapparaten voor gasontladingslampen zijn gewoonlijk bestemd voor spanningen die uiteenlopen van 200 tot 600 V. Bij deze spanningen moet met de mogelijkheid van ionisatie steeds rekening worden gehouden. Een beproeving op levensduur dient men derhalve te doen bij de ongunstigste — d.i. de laagste — temperatuur die voorkomt. Anderzijds moet men ook rekening houden met de hoogste omgevingstemperatuur die kan optreden. Hierbij zal weliswaar de ionisatie minder sterk of zelfs geheel afwezig zijn, maar daartegenover staat dat het diëlectricum van de hoge temperatuur te lijden heeft, en eventueel dat er thermische instabiliteit optreedt.

Een gunstige oplossing om het aantal proeven te beperken en toch de verschillende invloeden te verdisconteren, is dat men de temperatuur periodiek laat wisselen. Hiertoe plaatst men de te beproeven condensatoren in een oven en men schakelt de condensatoren en de oven tegelijk in. Door de diëlektrische verliezen en de stijgende temperatuur van de oven worden de condensatoren warm, op een wijze die met de praktijk overeenstemt. Enige tijd nadat temperatuurevenwicht is bereikt, b.v. na 4 uur, worden zowel de oven als de condensatoren uitgeschakeld. Omdat de oven veel langzamer afkoelt dan een condensator onder omstandigheden van de praktijk, stelt men op hetzelfde ogenblik een ventilator in werking, die de afkoeling versnelt. Vervolgens schakelt men de oven en de condensatoren weer in, enz. Een beeld van zulk een opstelling geeft *fig. 13*. Hiermee kunnen condensatoren worden onderzocht die bestemd zijn voor binnenverlichtingsinstallaties, waarbij dus geen bijzonder lage temperaturen voorkomen. De bovengrens van de wisselende oventemperatuur kiest men b.v. gelijk aan de hoogste omgevingstemperatuur waaraan de condensatoren in de praktijk kunnen zijn blootgesteld (daarbij in aanmerking nemend de verwarmende invloed van lampen en smoorspoelen of transformatoren in de armatuur).

[7]) Bij condensatoren voor groot vermogen kan dit worden vermeden door de condensatorwikkels te monteren in een stalen cilinder, en deze na het evacueren en impregneren te vullen met een gas onder hoge druk (zie het in [4]) aangehaalde artikel). Voor kleine vermogens komt deze methode niet in aanmerking.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

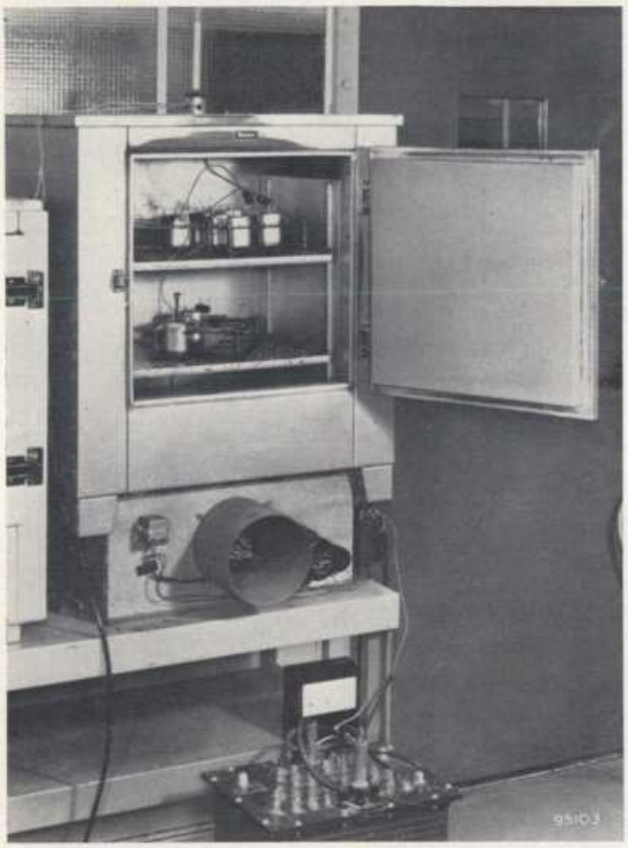


Fig. 13. Opstelling voor levensduurproeven met periodiek wisselende omgevingstemperatuur. De condensatoren zijn opgesteld in rekjes, om reproduceerbare onderlinge afstanden te verkrijgen. Tijdens het afkoelen blaast een ventilator (onder de oven) lucht van ca. 20 °C door de oven.

Condensatoren voor installaties in de buitenlucht daarentegen, zoals voor wegverlichting, moeten ook bestand zijn tegen temperaturen van b.v. —20 °C. In dit geval moet de laagste van de wisselende beproevingstemperaturen worden verkregen met behulp van een koelaggregaat.

Ter verkorting van de beproevingstijd kan men de veldsterkte opvoeren tot een waarde hoger dan die welke als werkbelasting is toegestaan. Door de proeven te nemen bij enige waarden van de veldsterkte, kan men door extrapolatie van de resultaten de levensduur bij de normale veldsterkte voorspellen. *Fig. 14* geeft hiervan een voorbeeld. Het heeft betrekking op condensatoren van hetzelfde type als die van fig. 12. Ze werden belast met verschillende veldsterkten, bij temperaturen die wisselden van 20 tot 80 °C. De gevonden punten liggen vrijwel op een rechte lijn, die ongeveer evenwijdig loopt met de lijn van fig. 12, maar naar wat langere levensduren is verschoven. Dit is ook verklaarbaar, want condensatoren van het onderhavige type zijn het zwaarst belast bij lage temperatuur. Deze komt tijdens de proef maar gedurende een deel van de tijd voor; de hogere temperatuur gedurende de rest van de tijd deed hier weinig schade, zodat een langere levensduur werd gevonden dan het geval zou zijn geweest bij een temperatuur die voortdurend laag was.

Hoogspanningsproeven

Een bekende en snelle keuringsmethode voor condensatoren, die in vele keuringsvoorschriften voorkomt, is de hoogspanningsproef. Soms wordt deze uitgevoerd met gelijkspanning, soms met wisselspanning.

In het eerste geval wordt uitsluitend de doorslagspanning bepaald, of controleert men althans of deze boven een bepaalde waarde ligt. Over de veel belangrijker eigenschappen van het diëlectricum zoals de verlieshoek, de ionisatiekans en de bestandheid tegen veroudering in afhankelijkheid van de temperatuur geeft de gelijkspanningsproef geen enkele inlichting.

De proef met wisselspanning lijkt in dit opzicht gunstiger, omdat hierbij diëlektrische verliezen en ionisatie optreden. De condensator zal echter tijdens de korte duur van de beproeving (gewoonlijk één minuut) niet zo warm worden dat men de thermische instabiliteit, die vrijwel zeker aanwezig is, zal kunnen constateren. Evenmin krijgt ionisatie gelegenheid om constateerbare schade aan te richten.

Geen van beide proeven leert dus iets anders dan de bestandheid tegen kortstondige spanningspieken (en hetzelfde geldt voor de stootspanningsproeven, die men in sommige landen voorschrijft). Hieruit kan men niets concluderen omtrent de levensduur onder praktische omstandigheden. Het is b.v. heel gemakkelijk een condensator te maken die een hoge beproevingsspanning doorstaat, maar in de praktijk toch geen lange levensduur zal bereiken. Men behoeft daartoe slechts het diëlectricum samen te

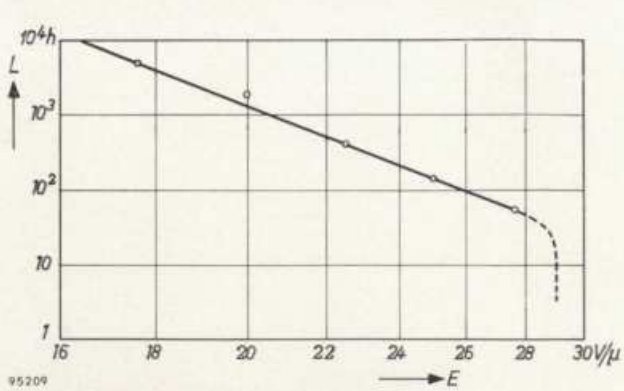


Fig. 14. Levensduur L van condensatoren (zelfde type als in fig. 5 en fig. 12) in een temperatuurwisselproef, in afhankelijkheid van de veldsterkte E. Temperatuurgrenzen: 20 en 80 °C. Elk meetpunt is bepaald als het gemiddelde van 18 exemplaren.

Bij $E \approx 29$ V/μ geraken de condensatoren tijdens het warme deel van de cyclus in het instabiele gebied. Hier moet de levensduurlijn dus naar zeer korte tijden afbuigen.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

stellen uit b.v. vier lagen papier van 7,5 μ, en een papiersoort en een impregneermiddel met grote verliezen te kiezen die sterk met de temperatuur toenemen. Dank zij de onderverdeling in vier lagen is de kans dat zwakke plekken in het papier juist op elkaar vallen, heel klein. Men bereikt dan ook gemakkelijk een doorslagspanning van 6000 V, d.i. 15 maal de waarde van een redelijke werkspanning voor een diëlectricum van 30 μ totale dikte. Reeds bij een lage omgevingstemperatuur echter zal de condensator thermisch niet meer stabiel zijn. Wijzigt men het ontwerp, door twee lagen papier van 15 μ te nemen, dan daalt de doorslagspanning tot ongeveer 3000 V, maar als papier en impregneermiddel van goede kwaliteit zijn, zal men nu een condensator met veel grotere thermische stabiliteit en langere levensduur hebben verkregen.

Voor een goede beoordeling van een condensator is het dus nodig, levensduurproeven te nemen bij een redelijke overbelasting in veldsterkte — die b.v. het 1,5- tot 2-voud van de normale veldsterkte niet overschrijdt — en de temperatuur periodiek te laten wisselen tussen grenzen gelijk aan die welke in de praktijk zullen voorkomen.

Als condensatoren voor voorschakelapparaten worden ontwikkeld en beproefd volgens deze methode, zal hun levensduur niet onderdoen voor die van de transformatoren en smoorspoelen. De nog veel verbreide opvatting dat de condensator de zwakste schakel in de keten is, moge vroeger juist zijn geweest, tegenwoordig behoeft dit stellig niet meer het geval te zijn.

Samenvatting. In voorschakelapparaten voor gasontladingslampen worden vaak condensatoren gebruikt, o.a. ter verbetering van de arbeidsfactor. De levensduur van deze condensatoren hangt niet alleen af van de temperatuur (zoals bij de transformatoren en smoorspoelen), maar ook van de veldsterkte.

Met het feit dat de diëlektrische verliezen sterk met de temperatuur toenemen, hangt samen het gevaar van thermische instabiliteit: overschrijdt de omgevingstemperatuur een bepaalde kritische waarde (de stabiliteitsgrens), dan wordt geen stabiel temperatuurevenwicht meer bereikt en gaat de condensator binnen korte tijd te gronde.

Hoe hoger de omgevingstemperatuur is, des te sneller raakt de reserve aan isolerend vermogen van het diëlectricum uitgeput — analoog met wat men vindt bij de isolatie van transformatoren. Dit wekt de verwachting dat bij lage omgevingstemperatuur de levensduur zeer lang zal zijn. De lagere druk echter die daarbij in de dichtgesoldeerde condensatordoos ontstaat, vergroot de kans op vorming van gasbellen in het diëlectricum en op ionisatie in deze bellen, en deze ionisatie doet het diëlectricum snel verouderen. Besproken wordt een meetmethode voor het aantonen van ionisatie.

De bekende hoogspanningsproef leert alleen of de doorslagspanning boven een bepaalde waarde ligt, maar niets omtrent de te verwachten levensduur. Een goede methode voor levensduuronderzoek is die waarbij de condensatoren worden belast tot 1,5 à 2 maal de normale veldsterkte, terwijl de omgevingstemperatuur periodiek wisselt tussen de uiterste waarden waaraan de condensatoren in de praktijk kunnen blootstaan.

EEN EENVOUDIGE EN COMPACTE OPSTELLING VOOR HET METEN VAN ZWAK RADIOACTIEVE PREPARATEN

621.387.4:539.16.08

Het belang van het meten van zeer zwakke stralingen is de laatste jaren sterk toegenomen. Dit geldt in het bijzonder voor de radioactieve verontreiniging van de atmosferische lucht, regenwater, voedingsmiddelen, afvalwater van medische, radiochemische en kernfysische laboratoria, enz. Voor al dergelijke gevallen wenst men te beschikken over een detectie-apparatuur die zeer gevoelig en bovendien uiterst betrouwbaar is.

In het merendeel van de gevallen is het de bètaactiviteit die men wenst te meten, b.v. van het gevaarlijke isotoop ^{90}Sr. Als detector voor bètastraling wordt nog altijd het meest gebruikt de geigertelbuis van het type met eindvenster, zoals de Philips buizen 18505 en 18506. De redenen hiervoor zijn de grote gevoeligheid voor bètastralen, de grote stabiliteit, en de eenvoud van de bijbehorende apparatuur [1]).

[1]) Zie b.v. N. Warmoltz, Geiger-Müller-tellers, Philips techn. T. **13**, 259-270, 1951.

Een van de belangrijkste effecten die de onderste grens van waarneming bepalen, is het nuleffect of de eigen gang van de detector. Hieronder verstaat men het aantal ontladingen („tikken") van de telbuis per tijdseenheid, voor het geval dat er geen radioactief preparaat vóór het venster van de telbuis is geplaatst. Deze tikken hebben o.a. de volgende oorzaken:

1) Gammastraling van de omgeving, b.v. van naburige radioactieve preparaten, natuurlijke radioactiviteit van bouwmaterialen (waarin dikwijls o.a. het isotoop ^{40}K voorkomt) of van de lucht (waarin radon of desintegratieprodukten van radon aanwezig kunnen zijn).
2) Mesonen van de kosmische straling.
3) Bèta- en gammastraling, afkomstig van verontreinigingen in de materialen waarvan de telbuis is gemaakt.

De storende gammastraling van de omgeving kan worden geëlimineerd door een afscher-

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

ming. Uiteraard dient men hiervoor materialen te gebruiken die zelf vrij zijn van radioactieve verontreinigingen. In het bijzonder geldt dit voor dat deel van de afscherming dat zich in de onmiddellijke nabijheid van de telbuis bevindt. Lood is in het algemeen te sterk radioactief verontreinigd. IJzer voldoet beter, maar het best is kwik, omdat dit goed gezuiverd kan worden. Een behoorlijke afscherming wordt verkregen met een kwikscherm van b.v. 3 cm dikte, met een 15 cm dik ijzerscherm eromheen; het kwik absorbeert dan de straling van de radioactieve verontreinigingen in het ijzer.

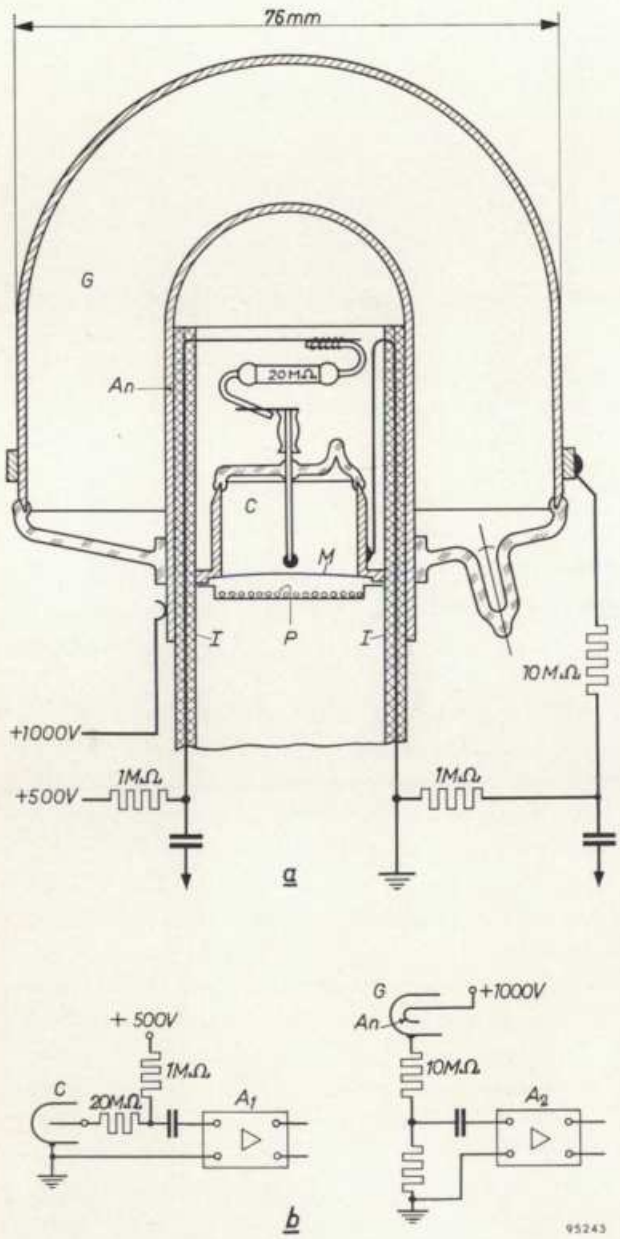


Fig. 1. *a*) Doorsnede en *b*) schakeling van een waaktelbuis *G* met holle anode *An*, waarbinnen zich de centrale bètatelbuis *C* (met micavenster *M*) bevindt. *I* isolatie. *P* preparaat. A_1 en A_2 versterkers.

Daar de mesonen een zeer groot doordringingsvermogen hebben, dient men deze foutenbron op een andere wijze onschadelijk te maken. Een tot dusverre gebruikelijke methode is, de telbuis te omringen door een groot aantal zg. waaktelbuizen, die zo zijn opgesteld dat elk meson dat de centrale telbuis doet aanslaan, noodzakelijkerwijs ook één of meer waaktelbuizen doet aanslaan. De gebruikte schakeling werkt volgens het anticoïncidentieprincipe, d.w.z. een tik van de centrale telbuis wordt alleen geregistreerd als geen van de waaktelbuizen tegelijkertijd aanslaat.

Zulk een opstelling, bestaande uit 10 tot 15 telbuizen, is uiteraard vrij volumineus. Plaatst men, ter wering van gammastraling, een afscherming van 3 cm kwik plus 15 cm ijzer eromheen, dan komt men tot een geheel dat ruim 2000 kg weegt, hetgeen in vele gevallen bezwaarlijk is.

In *fig. 1* is een telbuizenopstelling weergegeven waarin een nieuw type waaktelbuis is toegepast. De twee elektrodes van de waaktelbuis zijn concentrische halve bollen met daarop aansluitende coaxiale cilinders. De bètatelbuis is binnen de holle anode van de waaktelbuis geplaatst. Op deze wijze bereikt men dat geen meson de binnenste telbuis kan treffen zonder noodzakelijkerwijs ook de buitenste telbuis te doen aanslaan. Foto's van de waaktelbuis zijn te zien in *fig. 2*. Wat de werking betreft, vertoont deze buis veel overeenkomst met de telbuizen die in een vroegere publikatie van het Philipslaboratorium te Amsterdam zijn beschreven [2]). Een volledige meetopstelling is weergegeven in *fig. 3* [3]).

Het feit dat er slechts één waaktelbuis is, brengt de volgende voordelen mee:

1) door de kleinere omvang kan op het gewicht van de afscherming aanzienlijk worden bespaard (meer dan 1000 kg),
2) de opstelling en de controle zijn veel eenvoudiger, en
3) ook de elektronische apparatuur is eenvoudiger.

De centrale bètatelbuis in fig. 1 is een gewijzigde experimentele versie van de telbuis 18505. De belangrijkste verschillen zijn:

a) de lengte is teruggebracht tot $^1/_3$ van de oorspronkelijke lengte, ter vermindering van de gevoeligheid voor gammastraling,

---

[2]) J. Hermsen, A. M. J. Jaspers, P. Kraayeveld en K. van Duuren, New Geiger tube designs, hollow anode and parallel plate counters, Proc. International conference on peaceful uses of atomic energy, Genève 1955 (uitg. Verenigde Naties, New York 1956), deel 14, blz. 275-276.

[3]) Een uitvoeriger beschrijving van deze meetopstelling, van de hand van K. van Duuren, W. K. Hofker en J. Hermsen, zal worden gegeven ter gelegenheid van de conferentie te Genève in september 1958.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

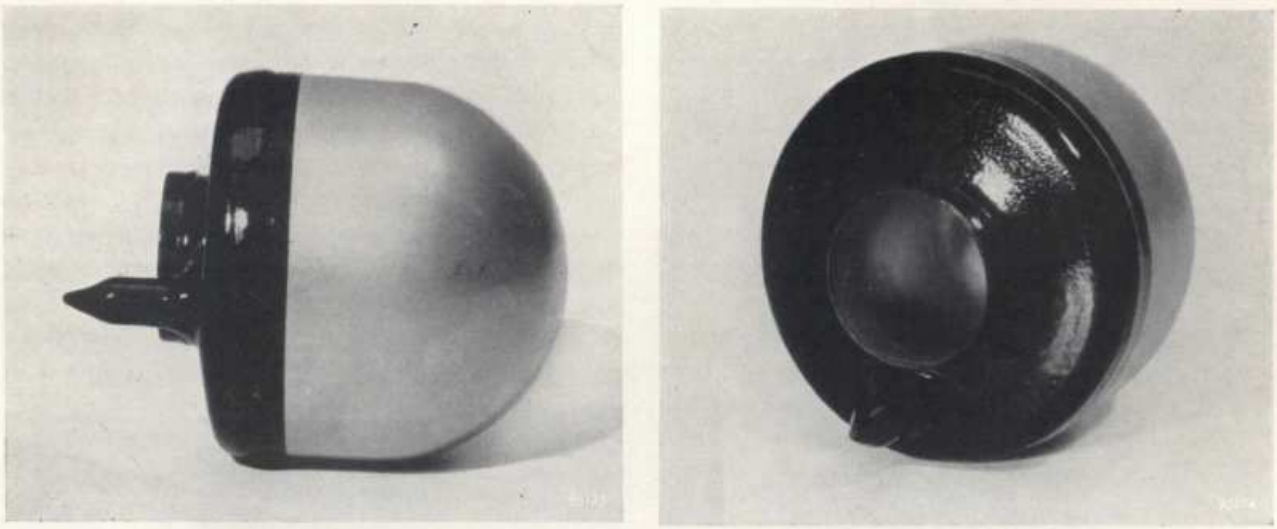


Fig. 2. Waaktelbuis volgens fig. 1.

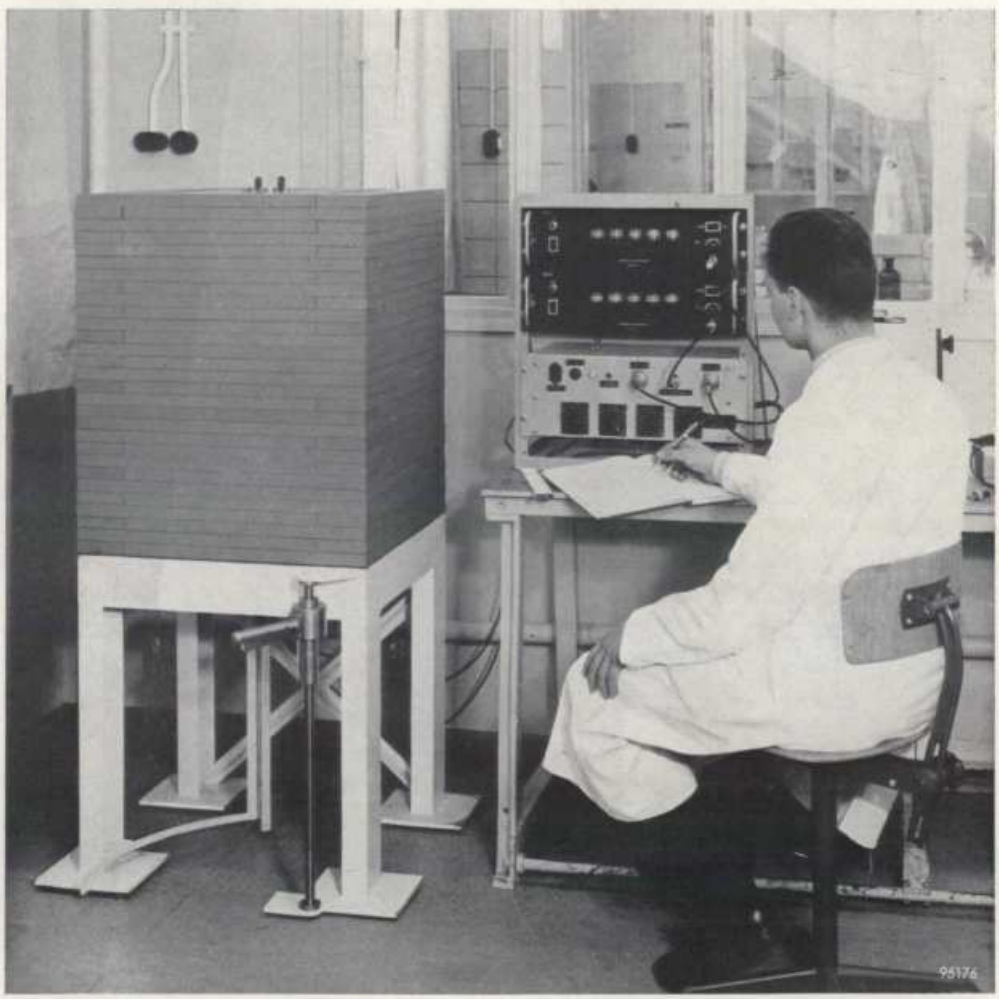


Fig. 3. Volledige opstelling voor het meten van zwakke bètastraling. Links de afscherming voor gammastraling: 20 cm dikke ijzeren blokken met daarbinnen een 2,5 cm dikke kwikmantel. Deze laatste omgeeft een opstelling van een telbuis met één waaktelbuis zoals in fig. 1 is weergegeven. Rechts de versterkers in anticoïncidentieschakeling. Daarboven twee reeksen van vijf decimale telbuizen E1T [4]), waarop het aantal tikken rechtstreeks afleesbaar is, resp. vóór en na correctie voor de mesonen.

[4]) Philips techn. T. **14**, 349, 1952.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!

www.freeservicemanuals.info 11/14/2023

b) door een geschikte keus van materialen is de bijdrage die de wand van de telbuis tot het nuleffect levert, kleiner gemaakt.

In een bepaald geval kon het nuleffect van de afgeschermde telbuis binnen de waaktelbuis worden gereduceerd tot 0,7 tik per minuut. Ter vergelijking diene dat een normale telbuis 18505, met dezelfde gevoeligheid voor bètastralen, onafgeschermd in hetzelfde laboratorium een nuleffect van 20 tikken per minuut had.

K. van DUUREN *).

*) Philipslaboratorium (Synchrocyclotron), Amsterdam.

OVERZICHT VAN RECENTE WETENSCHAPPELIJKE PUBLIKATIES DER N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

Van deze publikaties, voor zover niet met een sterretje * gemerkt, verstrekt de Administratie van Philips' Natuurkundig Laboratorium, Eindhoven, op aanvrage overdrukken.

2521: H. P. J. Wijn en H. van der Heide: Pulse-response properties of rectangular-loop ferrites (Proc. Instn. Electr. Engrs. **104 B,** suppl. no. 7, 422-427, 1957).

Uit een onderzoek van de spanningsstoten die optreden in een wikkeling op een ferrietkern wanneer de magnetisatie hiervan wordt omgekeerd, is gebleken dat men bij deze omkering twee processen moet onderscheiden, nl. een snel verlopend proces, dat samenhangt met draaiing van de magnetisatie in de verschillende gebieden van Weiss, en een langzamer verlopend proces, dat verband houdt met verschuivingen van Bloch-wanden. Het langzaamste proces bepaalt de „omkeertijd" (ook „schakeltijd" genoemd). Het blijkt dat bij ferrieten met een rechthoekige hysteresislus de omkeertijd steeds van de orde van 1 μsec is indien de coërcitieve veldsterkte ca 1 oersted is. Grotere waarden van de coërcitieve veldsterkte gaan gewoonlijk gepaard met langere omkeertijden. Om gegevens te verkrijgen over het mechanisme dat de wandverschuivingen zo langzaam doet verlopen, werd de omkeertijd gemeten als functie van de temperatuur en als functie van een op het ferriet uitgeoefende eenzijdige mechanische druk. In het temperatuurinterval van −115 tot +250 °C nam de omkeertijd van een willekeurig gekozen ferrietmonster niet meer dan met een factor 3 af. Door de druk namen zowel de coërcitieve veldsterkte als de omkeertijd toe. De omkeertijden zijn langer naarmate het ferriet sterker anisotroop is. Een gedeeltelijke verklaring hiervoor wordt geleverd door het feit dat de afstanden tussen de Bloch-wanden toenemen met de magnetische anisotropie. Zie ook Philips techn. T. **18,** 341-352, 1956.

2522: C. M. van der Burgt: Ferrites for magnetic and piezomagnetic filter elements with temperature-independent permeability and elasticity (Proc. Instn. Electr. Engrs. **104 B,** suppl. no. 7, 550-557, 1957).

Toevoeging van een weinig kobalt aan nikkel-, lithium-, nikkel-zink- of lithium-zinkferrieten blijkt een gunstige invloed te hebben op de gevoeligheid voor temperatuurvariaties van de permeabiliteit, van de piëzomagnetische koppelingscoëfficiënt en van de mechanische resonantiefrequenties. Voor de gebruikelijke, in de handel verkrijgbare ferrieten bedragen de totale variaties in de resonantie- en de antiresonantiefrequentie gewoonlijk 0,10-0,25% als de temperatuur van 20 °C oploopt tot 50 °C. Bij de nieuwe materialen werd dit teruggebracht tot 0,03% of minder. Van zo'n nieuw ferriet, mits op de juiste wijze gesinterd, kan de piëzomagnetische koppelingscoëfficiënt bij de remanente inductie groter zijn dan 0,20. Daar de mechanische kwaliteitsfactor (mechanische Q-factor) gewoonlijk boven 2000 ligt, zijn de nieuwe ferrieten zeer geschikt voor de vervaardiging van elektrische en elektromechanische bandfilters.

Het gevolg van de toevoeging van kobalt is niet alleen een verkleining van de temperatuurcoëfficiënt van het reële deel van de permeabiliteit, maar ook een verkleining van het imaginaire deel van de permeabiliteit zelf. Hierdoor krijgen de nieuwe ferrieten ook een hogere magnetische kwaliteitsfactor. Zie ook Philips techn. T. **18,** 285-298, 1956.

Digitized in Heiloo the Netherlands Not for sale!